

# **Einfluss der Korngefüge industriell hergestellter mc- Siliziumblöcke auf die rekombinationsaktiven Kristalldefekte und auf die Solarzelleneffizienz**

Von der Fakultät für Chemie und Physik  
der Technischen Universität Bergakademie Freiberg

genehmigte

## **DISSERTATION**

zur Erlangung des akademischen Grades  
Doktor Ingenieur  
Dr.-Ing.

vorgelegt

von Dipl.-Ing. Toni Lehmann

geboren am 08.02.1986 in Freiberg

Gutachter.: Prof. Dr. rer. nat. habil. Hans Joachim Möller, Freiberg  
Prof. Dr. rer. nat. Johannes Heitmann, Freiberg

Freiberg, den 29.04.2016

# Inhaltsverzeichnis

Abstract.....	1
1. Einleitung .....	4
1.1 Photovoltaik .....	4
1.2 Stand der Technik .....	6
1.2.1 Blockerstarrung von multikristallinem Silizium .....	6
1.2.2 Kornorientierungsbestimmung .....	10
1.3 Zielsetzung und Gliederung der Arbeit.....	11
2. Grundlagen .....	13
2.1 Silizium.....	13
2.1.1 Elektrische Eigenschaften.....	13
2.1.2 Oberflächenenergien des Siliziums .....	16
2.2 Kristalldefekte in multikristallinem Silizium.....	17
2.2.1 Versetzungen .....	18
2.2.2 Korngrenzen .....	23
2.2.3 Wechselwirkung zwischen Versetzungen und Korngrenzen .....	27
3. Mess- und Auswertemethodik .....	28
3.1 Detektion der Körner .....	28
3.1.1 Aufbau und Funktionsweise .....	28
3.1.2 Definition der Kenngrößen.....	30
3.1.3 Fehlerbetrachtung .....	34
3.2 Detektion der Kornorientierungen und Korngrenztypen .....	35
3.2.1 Theoretische Betrachtung .....	35
3.2.2 Aufbau und Funktionsweise .....	40
3.2.3 Definition der Kenngrößen.....	42
3.2.4 Fehlerbetrachtung .....	46



3.3	Detektion der Ätzgrubendichte .....	49
3.3.1	Aufbau und Funktionsweise .....	50
3.3.2	Definition der Kenngrößen .....	52
3.3.3	Fehlerbetrachtung .....	54
3.4	Detektion des rekombinationsaktiven Flächenanteils.....	54
3.4.1	Aufbau und Funktionsweise .....	55
3.4.2	Definition der Kenngrößen .....	56
3.4.3	Fehlerbetrachtung .....	58
3.5	Korrelation der rekombinationsaktiven Kristalldefekte mit der Kornorientierung ...	58
4.	Probeninformation .....	60
5.	Ergebnisteil.....	64
5.1	Korngrößenverteilung .....	64
5.1.1	Säulenklassifizierung .....	64
5.1.2	Klasse F Säulen .....	66
5.1.3	Klasse G Säulen.....	68
5.2	Kornorientierungsverteilung .....	69
5.2.1	Klasse F Säulen .....	69
5.2.2	Klasse G Säulen.....	72
5.3	Korngrenztypverteilung .....	75
5.3.1	Klasse F Säulen .....	75
5.3.2	Klasse G Säulen.....	79
5.4	Ätzgrubendichte .....	82
5.4.1	Klasse F Säulen.....	82
5.4.2	Klasse G Säulen.....	82
5.5	Rekombinationsaktiver Flächenanteil.....	85
5.5.1	Klasse F Säulen .....	86
5.5.2	Klasse G Säulen.....	87
5.6	Korrelation der Ergebnisse .....	89

5.6.1	Mittlere Korngröße und Variationskoeffizient vs. rekombinationsaktiver Flächenanteil.....	90
5.6.2	Korngrenztyplängenanteil vs. rekombinationsaktiver Flächenanteil .....	92
5.6.3	Kornorientierung vs. rekombinationsaktiver Flächenanteil .....	94
5.6.4	Ätzgrubendichte vs. rekombinationsaktiver Flächenanteil .....	96
6.	Diskussion der Ergebnisse.....	99
6.1	Einfluss des Kristallzüchtungsprozesses auf die Korngrößen-, die Kornorientierungs- und Korngrenztypverteilung .....	99
6.2	Einfluss der Kornstruktur auf den elektrisch aktiven Defektanteil.....	102
6.3	Einfluss der Kornorientierung auf den elektrisch aktiven Defektanteil.....	106
6.4	Einfluss der Kornstruktur auf die elektrische Aktivierung von Versetzungsclustern....	107
6.5	Einfluss der Verunreinigungen auf die Solarzelleneffizienz .....	109
7.	Zusammenfassung und Ausblick.....	111
	Verwendete Abkürzungen und Symbole .....	115
	Literaturverzeichnis .....	116
	Veröffentlichungen .....	130
	Betreute studentische Arbeiten .....	131
	Danksagung .....	132

# Abstract

The efficiency of multicrystalline (mc) silicon solar cells depends strongly on the fraction of recombination active crystal defects. This work focuses on a systematic analysis of how the area fraction of recombination active crystal defects and thus the solar cell efficiency is affected by the grain structure of mc-silicon wafers, i.e. grain size, grain orientation and type of the grain boundaries between adjacent grains. For that purpose a new characterization method was developed which allows the measurement of the grain orientation and grain boundary type of full 156x156 mm<sup>2</sup> mc-silicon wafers. The results of the grain structure analysis were correlated with the etch pit density, the recombination active area fraction measured by photoluminescence imaging, and the solar cell efficiency in order to quantify the most important features of the grain structure, which were relevant to obtain high quality mc-silicon wafer material.

For the determination of the grain orientation and grain boundary type two metrology systems were combined. The so-called grain detector determines the geometrical data of each grain (size and form) by a reflectivity measurement. Afterwards the wafer with the geometrical information of all grains is transferred into the so-called Laue Scanner. This system irradiates each grain larger 3 mm<sup>2</sup> with white x-rays and creates a backscatter diffraction pattern (Laue pattern) for each grain. From this Laue pattern the grain orientation and the grain boundary type of neighboured grains is calculated and statistically analysed in combination with the geometrical data of the grain detector.

In this work the grain structure of twelve industrially grown mc-silicon bricks, which were produced by different manufacturers, and two laboratory grown bricks were investigated. Seven of these bricks show a fine grain structure. This material named class F is considered to be typical for so-called High Performance Multi (HPM) silicon. The other bricks show a coarse-grained structure. This grain structure was called class G and corresponds to the conventional mc-silicon material.

The results show that the grain structures of the start of the crystallization process differ significantly between class F and class G. The class F mc-silicon wafers have a uniform initial grain size (characterized by coefficient of variation  $CV_{KG} < 2.5$ ) and grain orientation (characterized by coefficient of variation  $CV_{KO} < 1.5$ ) distribution with a small mean grain size ( $< 4$

mm<sup>2</sup>) and a high length fraction of random grain boundaries (> 60 %) in comparison to the class G wafers. Despite the totally different initial grain structure for the class F and class G bricks, the grain structure of the wafers which represent the end of the crystallization process is more or less comparable.

It can be concluded that the development of the grain structure along the crystal height of the class F bricks is driven by an energy minimization due to the surface energy and the grain boundary energy, that means that the share of {111} oriented grains having the lowest surface energy and the share of  $\Sigma 3$  grain boundaries having the lowest interface energy increase from the start of crystallization to the end. This phenomenon could not be observed for the class G bricks, which show a decreasing  $\Sigma 3$  length fraction and a decreasing area fraction of {111} oriented grains. This energetically unfavourable grain structure development is not clear so far but it means another kind of energy minimization effect must exist within class G. This could be for instance the formation of dislocations.

The grain structure investigations show clearly that especially the initially fine-grained structure of the class F bricks, i.e. at the start of crystallization, influences beneficially the area fraction of recombination active defects and the solar cell efficiency subsequently. This observation can be explained as follows.

*Reduced dislocation cluster formation:*

- The small grain sizes in combination with the low length fraction of  $\Sigma 3$  grain boundaries capture the dislocations within a grain. Dislocations are not able to move across the grain boundaries which have not the  $\Sigma 3$ -type within moderate stress and temperature fields. This prohibits the formation and expansion of large dislocation cluster.
- The previously described energetically driven grain selection and the continuously increasing grain size from bottom to top leads to an overgrowth of grains. This means that also dislocated grains will disappear which also prohibits the formation of large dislocation cluster.

*Reduced possibility of dislocation formation:*

- Compared to the class G bricks the area fraction of {111} oriented grains is reduced. Therefore, the possibility of the formation of dislocations is reduced, because they would be activated first in {111} oriented grains taking the Schmidt factor in account which is lowest for {111} oriented grains. After the dislocation generation within a {111} oriented grain, the dislocation can move forward on 3 of 4 possible {111} slip planes which have an angle of 19.5° with regard to the growth direction. No other ori-

entation has more slip planes for the dislocation movement which have an angle smaller  $20^\circ$  with regard to the growth direction.

These arguments in combination with the high reproducibility of the characteristic initial class F structure can explain the observed low recombination active area fraction from start to end of crystallization which was smaller 5 % and especially the low variation of 2 % of the electrical active wafer area in between the class F bricks. One can also easily explain the higher recombination active area fraction up to 14 % and the large variation of 10 % between the class G bricks due to the obtained grain structure data. These differences in the recombination active area fractions are reflected in the solar cell efficiency which is 0.4 % higher for the class F bricks compared to the class G bricks.

In consideration of the above mentioned reasons it is not beneficial for the industrial ingot production technology to increase the ingot height further, due to the fact that the advantageous initial grain structure properties of class F bricks disappear with increasing crystal height.

# 1. Einleitung

Die Endlichkeit fossiler Energieträger und der mit ihrer Nutzung verbundene Anstieg an Treibhausgasen sowie die Nutzung der sicherheitsbedenklichen Kernenergie haben die Regierung zum Umdenken gezwungen und bereits vor vielen Jahrzehnten die sogenannte Energiewende eingeleitet. Die Hauptziele dieser Energiewende sind die Abschaltung aller Kernkraftwerke in Deutschland bis zum Jahre 2022 und eine 80%ige Reduzierung des Ausstoßes von Treibhausgasen gegenüber 1990 [1]. Für die Realisierung dieses Projektes wurde bereits im Jahre 2000 das Erneuerbare-Energie-Gesetz verabschiedet und seit dem stetig weiterentwickelt (EEG 2004, EEG 2009, EEG 2012, PV-Novelle, EEG 2014). Das EEG ist das zentrale Steuerungselement zum Ausbau der erneuerbaren Energien und hat unter anderem zum Ziel, den Anteil der erneuerbaren Energien am Bruttostromverbrauch bis 2025 auf 40-45 % zu steigern [1]. Von 1990 bis 2013 konnte dieser Anteil bereits von 3,4 % auf 25,3 % [1] angehoben werden, wobei das Wachstum der letzten Jahre vor allem durch die Windenergie und Photovoltaik getragen wurde. Der starke Netto-Leistungszubau von 3,3 GW der Photovoltaik im Jahr 2013 [1] auf eine gesamt installierte PV-Leistung von 36,3 GW zeigt dabei den Stellenwert der Photovoltaik zur Erreichung der oben genannten Ziele.

## 1.1 Photovoltaik

Die Photovoltaik beschreibt die Möglichkeit der direkten Umwandlung von Sonnenenergie in elektrische Energie. Der photoelektrische Effekt wurde bereits 1839 durch A. E. Becquerel entdeckt, gewann aber erst in den letzten Jahrzehnten eine zunehmende Bedeutung für die Energieerzeugung. Über 90 % der heute eingesetzten Solarzellen verwenden einen kristallinen Siliziumabsorber, während sich die restlichen 10 % auf unterschiedlichste Dünnschichtabsorber wie amorphes Silizium, Cadmiumtellurid oder Kupferindiumdiselenid aufteilen [2]. Die Dominanz des kristallinen Siliziums ist auf die günstigen Materialeigenschaften, die gute Verfügbarkeit des Rohstoffes sowie den historisch bedingten etablierten Herstellungstechnologien zurückzuführen.

Die typische Prozesskette für die Produktion von Solarmodulen basierend auf kristallinen Siliziumabsorbern besteht üblicherweise aus folgenden Hauptschritten:

1. Produktion des Siliziumrohstoffes.
2. Züchtung massiver Siliziumblöcke.
3. Vereinzelung der Blöcke zu  $\sim 160\mu\text{m}$  dicken  $156 \times 156 \text{ mm}^2$  Wafern.
4. Prozessierung der Wafer zu Solarzellen
5. Integration der Solarzellen zu Solarmodulen.
6. Installation der Solarmodule und elektrische Anbindung ans Netz.

Damit die Photovoltaikbranche in den nächsten Jahren weiterhin eine dominante Rolle für die Energieproduktion einnimmt, müssen die Stromentstehungskosten pro Modul kontinuierlich reduziert werden. Um dies zu erreichen, werden aktuell in jedem der oben genannten Prozessschritte intensive Forschungen betrieben. Die vorliegende Arbeit ist Punkt 2 der oben beschriebenen Prozesskette, der Kristallzüchtung massiver Siliziumblöcke, zuzuordnen.

Bei der Herstellung der Siliziumkristalle wird zwischen zwei Haupttechnologien unterschieden. Auf der einen Seite steht das monokristalline Silizium (mono-Si,  $\sim 36\%$  Marktanteil in 2014), welches industriell mit dem Czochralski-Verfahren gezüchtet wird. Auf der anderen Seite steht das multikristalline Silizium (mc-Silizium,  $\sim 56\%$  Marktanteil in 2014), welches üblicherweise mit der gerichteten Blockerzstarrung hergestellt wird [3]. Während bei dem Czochralski-Verfahren Kristalle mit geringen Defekt- und Verunreinigungskonzentrationen hergestellt werden können, sind bei der Blockerzstarrung herstellungsbedingt eine höhere Anzahl an Verunreinigungen und Kristallfehlern, wie beispielsweise Korngrenzen und Versetzungen, im Material zu finden. Die Kombination aus Verunreinigungen und Kristallfehlern im mc-Silizium führt letztendlich im Vergleich zu dem mono-Silizium zu verringerten Solarzellenwirkungsgraden [2]. Jedoch ist der Herstellungsprozess des mc-Silizium günstiger als der von mono-Si, so dass mc-Silizium leicht höhere Marktanteile gegenüber mono-Silizium aufweist.

Für das ohnehin kostengünstigere mc-Silizium Verfahren besteht eine Möglichkeit der weiteren Kostensenkung in der Verringerung des Verunreinigungseintrages und der Kristallfehler, was die Solarzelleneffizienz steigert. Um dies zu erreichen, wurde in den letzten Jahren eine Reihe von optimierten Blockerzstarrungsprozessen entwickelt, die direkt das Korngefüge und den Defekthaushalt beeinflussen.

### 1.2 Stand der Technik

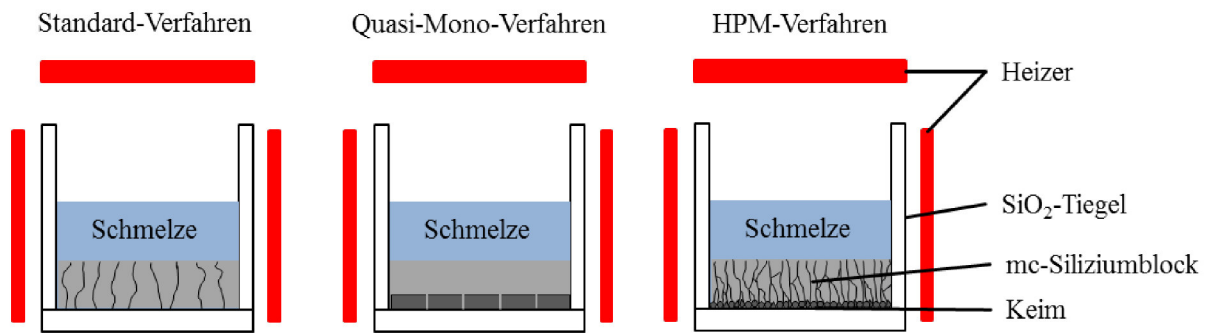
In den folgenden beiden Abschnitten erfolgt eine Zusammenfassung zum Stand der Technik in der Kristallzüchtung und Gefügecharakterisierung von mc-Silizium.

#### *1.2.1 Blockerstarrung von multikristallinem Silizium*

Das Grundprinzip der klassischen Blockerstarrung ist schematisch in Abbildung 1 (Links) dargestellt. Dabei wird der Siliziumrohstoff in einem  $\text{SiO}_2$ -Tiegel, dessen Innenflächen mit  $\text{Si}_3\text{N}_4$  beschichtet sind, aufgeschmolzen und durch eine geeignete Wärmeabfuhr von unten nach oben gerichtet erstarrt. Durch die heterogene Keimbildung am Tiegelboden entsteht ein mc-Siliziumblock. Die Wärmeabfuhr kann dabei auf unterschiedliche Art und Weise erfolgen und bestimmt die Bezeichnung der Blockerstarrungsvariante. Wenn die Erstarrung dadurch eingeleitet und kontrolliert wird, indem das Temperaturfeld konstant gehalten und der Tiegel nach unten aus der heißen Zone herausgefahren wird, wird dies als Vertikales-Bridgman-Verfahren (VB) bezeichnet [4, 5]. Eine andere Variante ist die aktive Steuerung des axialen Temperaturgradienten, bei der von unten nach oben kontrolliert die Temperatur abgesenkt wird. Aufgrund der aktiven Temperaturführung wird dieses Verfahren als Vertical Gradient Freeze (VGF) Verfahren bezeichnet [6]. Beide Verfahren können um eine aktive Kühlung am Tiegelboden, der sogenannten Heat Exchange Method (HEM) [7], ergänzt werden. Dafür werden unterhalb des Tiegels Kühlelemente verbaut, die entweder Gase oder Wasser als Kühlmedium benutzen und somit die Wärmeabfuhr während der kompletten Kristallisation aktiv beeinflussen können. Industriell wird in der Regel eine Kombination aus den drei beschriebenen Verfahren eingesetzt und Blöcke mit einem Gewicht von bis zu einer Tonne hergestellt.

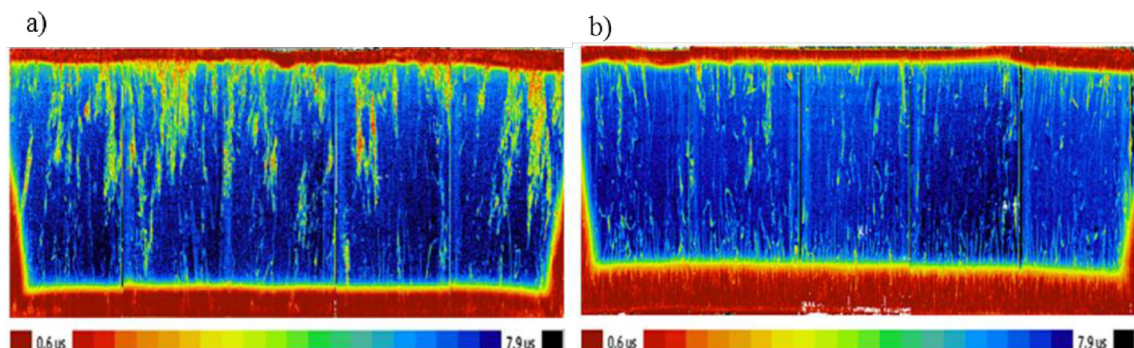


## Gerichtete Blockerstarrung (VGF, VB, HEM, ...)



**Abbildung 1:** Schematische Skizzen unterschiedlicher Blockerstarrungstechnologien zur Herstellung von kristallinen Siliziumkristallen. Links: Standard-Verfahren (heterogene Keimbildung am Tiegelboden), Mitte: Quasimono-Verfahren (heterogene Keimbildung auf einkristallinen Siliziumkeimplatten), Rechts: High-Performance-Multi-Verfahren (heterogene Keimbildung auf polykristallinem Siliziumrohstoff).

Verschiedenste Kontaminationsquellen wie Tiegelmateriale, Tiegelbeschichtung und die Ofenatmosphäre an sich kontaminieren den Siliziumblock während des Kristallzüchtungsprozesses zusätzlich mit metallischen (insbesondere Fe) und nichtmetallischen (O, N, C) Verunreinigungen [8, 9, 10]. Ein typisches Beispiel für die Folgen der Kontamination des mc-Siliziumblockes während des Kristallzüchtungsprozesses ist der sogenannte Red-Zone-Bereich an der Kontaktregion des Tiegels mit dem Siliziumblock, welcher auf die Diffusion von Verunreinigungen aus dem Tiegel in den mc-Siliziumblock zurückzuführen ist (Abbildung 2). Der rote Bereich am Kristallende (Abbildung 2) entsteht durch den Segregationskoeffizient während der Erstarrung. Die verringerten Lebensdauern innerhalb des blauen Bereiches sind auf kontaminierte Kristalldefekte zurückzuführen.



**Abbildung 2:** Minoritätsladungsträgerlebensdauerbild aus [11] eines a) Standard mc-Siliziumblockes und b) eines HPM mc-Siliziumblockes (Längsschnitt). Die roten Bereiche am Rand stellen den Red-Zone-Bereich dar.

Anhand der Abbildung ist deutlich zu erkennen, dass die metallischen Verunreinigungen vor allem im Red-Zone-Bereich zu einer Verschlechterung der elektrischen Eigenschaften und somit des Solarzellenwirkungsgrades führen. Aus diesem Grund sind die Wafer aus dem Randbereich nur bedingt für die Produktion von Solarzellen geeignet und verringern somit die Ausbeute.

Bei dem Standard-Verfahren (Abbildung 1, links) der mc-Blockerstarrung beginnt die heterogene Keimbildung bei einer ausreichend hohen Unterkühlung am Tiegelboden. In Abhängigkeit von der Schmelzunterkühlung ist das Resultat ein mehr oder weniger stark ausgeprägtes dendritisches Gefüge [12]. Dieses besitzt initial einen erhöhten Anteil an sogenannten  $\Sigma 3$ -Korngrenzen und zeigt eine inhomogene Korngrößenverteilung. Das Kornwachstum bei fortschreitender Kristallisation erfolgt kolumnar in Wachstumsrichtung. Die durch den Züchtungsprozess stets vorhandenen Korngrenzen bilden in Abhängigkeit ihrer Korngrenztypkonfiguration mehr oder weniger starke Rekombinationszentren, welche den späteren Solarzellenwirkungsgrad mindern. Das industrielle Bestreben war daher die Erzeugung möglichst großer Körner, um die Korngrenzanzahl gering zu halten, beziehungsweise das Erzeugen einer weniger elektrisch aktiven Korngrenztypkonfiguration, wie der  $\Sigma 3$ -Korngrenze.

Die Arbeitsgruppe um Nakajima und Usami haben durch eine hohe Schmelzunterkühlung zum Start der Kristallisation das Wachstum von Dendriten parallel zum Boden provoziert und das sogenannte dendritische Keimwachstum entwickelt [12, 13, 14]. Das Ergebnis ist ein sehr grobkörniges Gefüge, wobei die Körner eine  $\{112\}$  Vorzugsorientierung besitzen und der Anteil an  $\Sigma 3$ -Korngrenzen nochmals gesteigert werden konnte. Dies führte zu einer im Vergleich zum Standardprozess verringerten Versetzungsdichte [15, 16, 17]. Bei leichten Prozessschwankungen können auch Dendriten gebildet werden, die nicht parallel zum Boden wachsen. Diese führen dann aber zu einer deutlich erhöhten Versetzungsdichte [15, 18]. Eine industrielle Umsetzung dieses Verfahrens hat aufgrund des engen Prozessfensters nicht stattgefunden.

Eine andere Idee, die bereits 1976 von Schmid patentiert wurde [19], sollte die qualitativen Vorteile des einkristallinen Materials mit der kostengünstigen Herstellung der Blockerstarrung verknüpfen. Dafür werden, wie in Abbildung 1 (Mitte) schematisch gezeigt, auf dem Tiegelboden mehrere einkristalline Keime aus Silizium mit einer Dicke von 1–2 cm vorgelegt und anschließend der Rohstoff darauf platziert. Der Aufschmelzprozess muss nun derart angepasst werden, dass nur der Rohstoff vollständig aufschmilzt. Dafür muss die Schmelz-isotherme so im Bereich der vorgelegten Keimplatten positioniert werden, dass diese nur

zum Teil geschmolzen werden. Bei der folgenden Kristallisation kommt es schließlich zur heterogenen Keimbildung (Ankeimen) auf der Keimvorlage und es wächst ein so genannter Quasi-Mono-Block. Der im Vergleich zum Standard-Verfahren angepasste Prozess führt zu ~50 % verlängerten Prozesszeiten [20]. In der Literatur konnte gezeigt werden, dass die Versetzungsdichte im Quasi-Mono Material sehr hoch ist [21, 22, 23, 24] und es an den Tiegelwänden zu parasitärem polykristallinen Wachstum sowie zum Zwillingswachstum auf Facetten in ausgezeichneten Richtungen kommt [25, 26]. Beides führt zu einer Verschlechterung der Materialqualität und somit zu verringerten Solarzellenwirkungsgraden. Auch wenn Trempa et.al. [25, 27] die oben genannten Ausbeuteverluste durch eine geschickte Keimpräparation und -positionierung auf ein Minimum reduzieren konnte, bleibt das Kosten-Leistungsverhältnis des Verfahrens sehr herausfordernd für die Industrie, was bis jetzt eine Serienproduktion verhindert.

Fußend auf dem Prinzip der Keimvorlage hat sich in den letzten Jahren ein weiteres Konzept entwickelt, welches aktuell industriell sehr weit verbreitet ist und als High-Performance-Multi-Verfahren (HPM) bezeichnet wird (Abbildung 1, rechts). Dieses Verfahren ist letztendlich aus der Prozessentwicklung des Quasi-Mono-Verfahrens entstanden, bei der man anstelle der teuren einkristallinen Keimplatten das Ankeimniveau auf dem polykristallinen Siliziumrohstoff eingestellt hat. Das Resultat dieses Züchtungsprozesses ist eine sehr hohe Korngrenzanzahl und eine extrem einheitliche feinkörnige Kornstruktur in der Nähe des Tiegelbodens [28, 29, 30]. Anhand einzelner Kristalle im Labormaßstab konnte gezeigt werden, dass der initiale Anteil an sogenannten random-Korngrenzen mit ungefähr 70 % sehr hoch ist und initial eine homogene Orientierungsverteilung vorliegt [29, 30]. Kristalle, die diese initiale Feinkörnigkeit zeigen, besitzen eine geringere Versetzungsdichte und einen um 0,5 % erhöhten Solarzellenwirkungsgrad im Vergleich zu Kristallen, die nach dem Standard-Verfahren gezüchtet wurden [28, 11]. Es wird davon ausgegangen, dass vor allem der hohe Anteil an random-Korngrenzen in Kombination mit der feinkörnigen Kornstruktur die Bildung und Ausbreitung der Versetzungscluster verhindert. Ein aktueller Nachteil des HPM-Verfahrens gegenüber dem Standard-Verfahren besteht in der verlängerten Prozesszeit sowie in dem vergrößerten Red-Zone-Bereich am Kristallboden (Abbildung 2) [11], der zu einer verringerten Ausbeute führt. Trotz der sehr hohen Anzahl an Korngrenzen ist dies die derzeit beste Technologie für die kostengünstige Produktion von mc-Siliziumsolarzellen mit hohen Wirkungsgraden.

Von den entwickelten Blockerstarrungs-Verfahren (Standard-, Dendritisches-, Quasi-Mono- und HPM-Verfahren) werden industrielle heute nur das Standard- und HPM-Verfahren für die Serienproduktion genutzt. Die aktuelle Literatur zeigt bereits, dass die um 0,5 % erhöhten

Zellwirkungsgrade des HPM-Materials im Vergleich zum Standard-Material mit einer veränderten Korngrenztypverteilung in Kombination mit der initialen Feinkörnigkeit begründet werden können. Ungeklärt bleiben bei den bisherigen Untersuchungen folgende Fragen:

- lassen sich die an Laborkristallen gezeigten Kornstrukturuntersuchungen auf industrielle Kristalle übertragen?
- existieren zwischen den industriell hergestellten Säulen unterschiedlicher Hersteller Unterschiede?
- besitzt jeder initial feinkörnige HPM-Block zwingend einen hohen Anteil an random-Korngrenzen?
- unterscheiden sich die Kornstrukturen innerhalb der HPM-Säulen und Standard-Säulen voneinander, wenn ja, wie stark?
- welchen Einfluss besitzt die Entwicklung der Kornstruktur auf die Versetzungsdichte?
- hat die Korngrößenverteilung, die Kornorientierungsverteilung oder die Korngrenztypverteilung einen dominierenden Einfluss auf die Versetzungsdichte?

Die oben genannten Punkte konnten bisher nicht untersucht werden, da keine Messmethodik für die vollflächige Orientierungsmessung von mc-Siliziumwafern existierte. Im folgenden Abschnitt wird daher zunächst der Stand der Technik hinsichtlich der Kornorientierungsmessung beschrieben.

### ***1.2.2 Kornorientierungsbestimmung***

Die aktuell am weitesten verbreitete Methode einer Orientierungsmessung ist die ans Rasterelektronenmikroskop gekoppelte Rückstreuungselektronenbeugung (EBSD – electron back scatterd diffraction) [31, 32]. Dabei wird ein Elektronenstrahl auf der Probe fokussiert und die Elektronen werden diffus in alle Richtungen gestreut. Die gestreuten Elektronen erfahren an den Gitteratomen im Probeninneren erneut eine Reflexion. Die so rückgestreuten Elektronen erzeugen letztendlich auf einem Phosphorschirm ein charakteristisches Beugungsmuster, die sogenannten Kikuchi-Pattern. Anhand des so detektierten Kikuchi-Patterns wird im Anschluss die kristallographische Orientierung bestimmt. Der Vorteil des Messverfahrens ist die extrem hohe laterale Auflösung im  $\mu\text{m}$ -Bereich und die sehr kurze Messzeit von wenigen  $\mu\text{s}$  pro Messpunkt. Die entscheidenden Nachteile sind die Anforderungen an die zu messende Probe. Diese muss eine polierte Oberfläche besitzen und darf eine gewisse Probengröße, die an die

Probenkammer des REM gekoppelt ist (Größenordnung  $5 \times 5 \text{ cm}^2$ ), nicht überschreiten. Beide Nachteile verhindern die Anwendung dieses Verfahrens, um die Orientierung industrieller mc-Siliziumwafer mit einer Fläche von  $156 \times 156 \text{ mm}^2$  möglichst vollflächig zu messen.

Parallel zu der vorliegenden Arbeit wurde ein Messverfahren, die sogenannte „mikroskopisch basierte Korngrenzmessung“ (mGOM – microscopic-based grain boundary measurement) [33], entwickelt, welches prinzipiell die Orientierung ganzer mc-Siliziumwafer bestimmen kann. Für das Verfahren muss der mc-Siliziumwafer zunächst alkalisch (anisotrop) geätzt werden, um die für Silizium typische Pyramidenstruktur der Ätzgruben zu erzeugen. Anschließend wird die Oberfläche mit Hilfe eines Auflichtmikroskopes aufgenommen und anhand der orientierungsabhängigen Pyramidenstruktur die Kristallorientierung jedes Kornes berechnet. Die prinzipielle Funktionsweise des Messverfahrens konnte bereits gezeigt werden, allerdings ist das gesamte Verfahren nicht automatisiert. Aus diesem Grund wird das Verfahren aktuell nicht für die vollflächige Orientierungsmessung mc-Siliziumwafer angewendet.

Es wird deutlich, dass für die vollflächige Orientierungsmessung industrieller mc-Siliziumwafer aktuell noch kein geeignetes Messverfahren existiert. Dies wird aber zwingend benötigt, um die Unterschiede in der Kornstruktur zwischen dem Standard- und HPM-Material aufzuzeigen und den Einfluss auf den Solarzellenwirkungsgrad systematisch zu untersuchen.

### 1.3 Zielsetzung und Gliederung der Arbeit

Ziel dieser Arbeit war die Entwicklung einer neuartigen Mess- und Auswertemethodik, die es ermöglicht, die Korngrößen-, Kornorientierungs- und Korngrenztypverteilung von  $156 \times 156 \text{ mm}^2$  mc-Siliziumwafern zu bestimmen. Zusätzlich mussten Verfahren etabliert werden, mit denen der Defektanteil ganzer Wafer quantifiziert werden kann. Die daraus resultierenden Ergebnisse sollen dann ein weiterführendes, wissenschaftliches Verständnis für den Einfluss der Kornstruktur von mc-Silizium auf den Defekthaushalt und somit indirekt auf den Solarzellenwirkungsgrad liefern.

Dafür wurden 12 verschiedene industriell hergestellte mc-Siliziumsäulen, die unterschiedlichste Kornstrukturen besitzen, vom Kristallanfang bis zum Kristallende systematisch untersucht. Der Schwerpunkt der Arbeit liegt dabei in der Korrelation der Korngröße, der Kornorientierung und der Korngrenztypen mit dem rekombinationsaktiven Flächenanteil, um den Einfluss der Kornstruktur sowie ihrer Entwicklung auf den elektrisch aktiven Defektanteil zu

zeigen. Die Korrelation mit dem rekombinationsaktiven Flächenanteil wurde gewählt, da dieser ebenfalls mittels Photolumineszenzmessung an 156x156 mm<sup>2</sup> Wafern bestimmt werden kann und weil dieser gut mit dem Solarzellenwirkungsgrad korreliert. Damit trotz allem eine Aussage über den industriell relevanten Solarzellenwirkungsgrad getroffen werden kann, wurden alle Wafer in einem Los durch die Firma Hanwah Q CELLS zu Solarzellen weiterprozessiert und der Solarzellenwirkungsgrad bestimmt.

### Gliederung:

In Kapitel 2 werden zunächst die für das Verständnis der Arbeit wichtigen Grundlagen gelegt. Dazu zählen die Beschreibung der Ladungsträgergeneration und –rekombination im Silizium, die Einführung anisotroper Eigenschaften und eine genaue Erläuterung der für diese Arbeit relevanten Kristalldefekte (Versetzungen und Korngrenzen). Kapitel 3 beschreibt die Funktionsweise der verwendeten Mess- und Auswertemethoden, führt die in dieser Arbeit verwendeten Messgrößen ein und betrachtet die Fehler der jeweiligen Charakterisierungsmethode. Ein besonderer Schwerpunkt liegt dabei im Abschnitt 3.2, der das neu entwickelte Charakterisierungsverfahren der Orientierungsmessung beschreibt. Im 4. Kapitel erfolgt eine Übersicht der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Proben. Die Ergebnisse der Kornstrukturuntersuchungen (Korngröße, Kornorientierung und Korngrenztypen), der Versetzungsdichtebestimmung und der Quantifizierung elektrisch aktiver Defekte werden in Kapitel 5 präsentiert und untereinander korreliert. Die Diskussion aller Ergebnisse erfolgt in Kapitel 6. Am Ende folgen eine abschließende Zusammenfassung sowie ein Ausblick in die Zukunft.

## 2. Grundlagen

Im folgenden Kapitel wird zunächst Silizium hinsichtlich seiner Kristallstruktur und anderer wichtiger physikalischer und elektrischer Eigenschaften vorgestellt. Im Anschluss folgt eine Betrachtung der für diese Arbeit relevanten Kristalldefekte im Silizium. Dies sind vor allem Versetzungen und Korngrenzen. Für diese Kristalldefekte erfolgt eine ausführliche Beschreibung der verschiedenen Arten, deren Klassifizierung, der Entstehung, Entwicklung und ihrer elektrischen Eigenschaften, die im Hinblick auf die Eigenschaften der Solarzellen entscheidend sind.

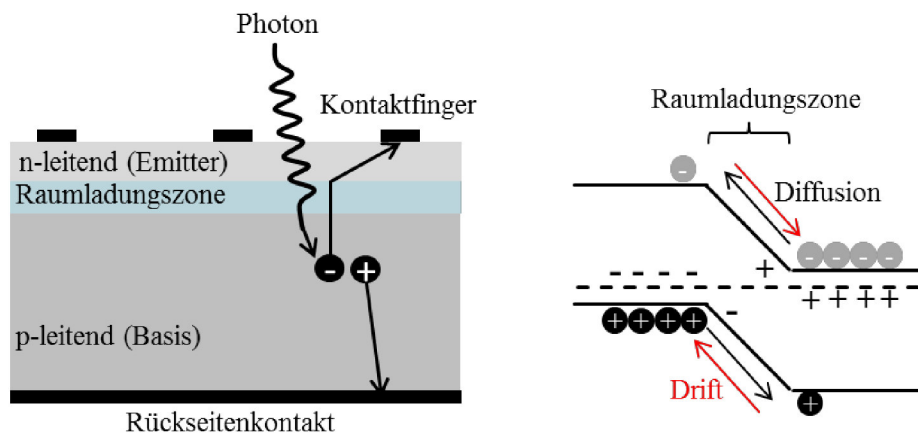
### 2.1 Silizium

Silizium ist ein Element der vierten Hauptgruppe im Periodensystem der Elemente. Aufgrund der extrem guten Verfügbarkeit, Silizium ist das zweithäufigste Element auf der Erde, und den exzellenten elektrischen Eigenschaften ist Silizium das bedeutendste Element für Anwendungen in der Elektronik und Photovoltaik. Es kristallisiert in der Diamantstruktur (Raumgruppe:  $Fd\bar{3}m$ ), die eine Kombination zweier ineinander gestellter kubisch flächenzentrierter Gitter, die um  $\frac{1}{4}$  der Raumdiagonale gegeneinander verschoben sind, darstellt und hat eine Gitterkonstante von 0,357 nm bei Raumtemperatur [34, 35].

#### 2.1.1 Elektrische Eigenschaften

Silizium gehört in die Gruppe der indirekten Halbleiter und besitzt bei Raumtemperatur eine Bandlücke von  $E_g = 1,1$  eV [36]. Zur Einstellung der elektrischen Leitfähigkeit des Siliziums wird dieses während der Kristallzüchtung gezielt mit Fremdatomen dotiert. In Abhängigkeit des verwendeten Dotierstoffes beruht die elektrische Leitfähigkeit auf positiv geladenen Löchern (Bor-dotierung, p-leitend) oder auf negativ geladenen Elektronen (Phosphor-dotierung, n-leitend). Für Siliziumsolarzellen wird derzeit fast ausschließlich p-dotiertes Grundmaterial verwendet. Der schematische Aufbau einer Solarzelle ist in Abbildung 3 (links) gezeigt. Auf dem p-leitenden Siliziumwafer (Basis,  $\sim 160\mu\text{m}$  dick), der in der Regel eine Borkonzentration von  $\sim 10^{16} \text{ cm}^{-3}$  besitzt, wird auf der Oberseite eine sehr dünne n-leitende Schicht (Emitter) mit einer Phosphorkonzentration von  $\sim 10^{20} \text{ cm}^{-3}$  durch das Eindiffundieren von Phosphor erzeugt. Zwischen dem p- und n-leitenden Bereich bildet sich ein Übergangsbereich, der so-

genannte p/n-Übergang, aus (Abbildung 3, rechts). Innerhalb dieses Bereiches kommt es zu einer Ladungsträgerbewegung (Diffusion) in Folge eines Konzentrationsgefälles. Demzufolge wandern die Löcher aus der p-leitenden Schicht in die n-leitende Schicht und die Elektronen aus der n-leitenden Schicht in die p-leitende Schicht und rekombinieren dort mit Elektronen beziehungsweise Löchern. Aufgrund der Diffusion und Rekombination fehlen auf beiden Seiten Ladungsträger. Die zu den fehlenden Ladungsträgern gehörenden ortsfesten Dotieratome erzeugen nun ein elektrisches Feld, welches wiederum eine Kraft auf die verbleibenden freien Ladungsträger ausübt. Die daraus resultierende Driftbewegung ist der Diffusionsbewegung entgegengerichtet, sodass sich ein Gleichgewicht zwischen beiden einstellt. Zwischen der p-leitenden und der n-leitenden Schicht entsteht so eine Zone ohne Ladungsträger (Raumladungszone).



**Abbildung 3:** Links: Schematischer Aufbau einer Siliziumsolarzelle. Die Kontaktfinger und der Rückseitenkontakt sind metallische Schichten. Rechts: Schematische Darstellung der Bandverbiegung des p/n-Übergangs und der daraus resultierenden Raumladungszone.

Trifft nun ein Photon mit einer Energie größer der Bandlücke auf die Solarzelle und wird unter Beteiligung eines Phonons absorbiert, so werden Elektronen vom Valenzband in das Leitungsband angehoben und erzeugen Elektronen-Loch-Paare. Erfolgt die Bildung der Elektronen-Loch Paare innerhalb der Raumladungszone, werden diese durch das elektrische Feld getrennt, diffundieren zum jeweiligen Kontakt und tragen so zur Stromerzeugung bei. Im Falle einer Elektronen-Loch-Paarbildung außerhalb der Raumladungszone müssen die Elektronen aus der Basis zunächst zu der Raumladungszone diffundieren, um einen Beitrag zur Stromerzeugung zu liefern. Während der Diffusion der Elektronen zur Raumladungszone kann dieses allerdings vor dem Erreichen der Raumladungszone mit einem freien Loch rekombinieren. Die Distanz und Dauer, die das Elektron im Silizium bis zu seiner Rekombination zurücklegt, sind zwei charakteristische Größen und werden als Diffusionslänge und Mi-

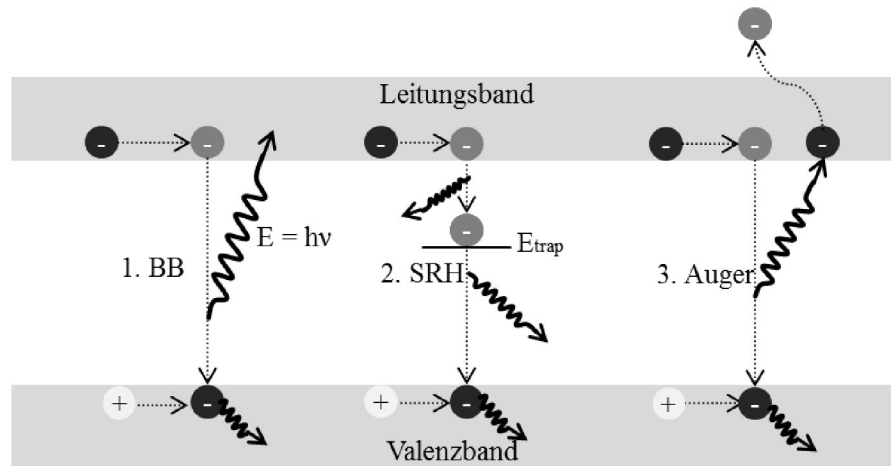


noritätsladungsträgerlebensdauer  $\tau$  bezeichnet. Für die Minoritätsladungsträgerlebensdauer ergibt sich demnach folgender Zusammenhang.

$$\frac{1}{\tau} = \frac{1}{\tau_{BB}} + \frac{1}{\tau_{SRH}} + \frac{1}{\tau_{Auger}} \quad (1)$$

Es ist zu erkennen, dass die Minoritätsladungsträgerlebensdauer  $\tau$  im Wesentlichen durch 3 Rekombinationsmechanismen bestimmt wird. Diese sollen im Folgenden näher beschrieben werden.

1. Band-zu-Band (BB) -Rekombination [37] (Abbildung 4, links): Die Elektronen fallen direkt von Leitungsband in das Valenzband zurück und geben die dabei freiwerdende Energie in Form eines Photons, auch Photolumineszenzstrahlung genannt, und Phonons ab.
2. Shockley-Read-Hall (SRH) -Rekombination [38, 39] (Abbildung 4 Mitte): Die Elektronen fallen über ein Zwischenniveau, welches innerhalb der Bandlücke liegt, zurück ins Valenzband. Ein solches Zwischenniveau  $E_{\text{trap}}$  kann durch verschiedenste Kristalldefekte entstehen. Der Kristalldefekt nimmt den Impuls sowie die Energie auf und es werden in der Regel keine Photonen emittiert. Eine besondere Variante der SRH-Rekombination stellt die sogenannte Oberflächenrekombination dar und tritt vor allem bei dünnen Siliziumproben auf. Dabei werden durch die freien Atombindungen an der Oberfläche Zwischenniveaus in der Bandlücke erzeugt, über die die Elektronen rekombinieren.
3. Auger-Rekombination [37, 40] (Abbildung 4 Rechts): Die Elektronen fallen direkt vom Leitungsband in das Valenzband zurück. Die dabei freiwerdende Energie wird jetzt allerdings vollständig auf ein anderes Leitungsbandelektron übertragen. Dieser Vorgang findet ebenso ohne eine Lichtemission statt.



**Abbildung 4:** Schematische Zeichnung der Rekombinationsmechanismen generierter Ladungsträger im Silizium. 1. Band-zu-Band-Rekombination 2. Shockley-Read-Hall-Rekombination 3. Auger-Rekombination.

Im mc-Silizium nimmt vor allem aufgrund der hohen Dichte an Kristalldefekten die BB- und die SRH-Rekombination einen sehr hohen Stellenwert ein. In Abschnitt 2.2 wird die SRH-Rekombination über Versetzungen und Korngrenzen genauer erläutert.

### 2.1.2 Oberflächenenergien des Siliziums

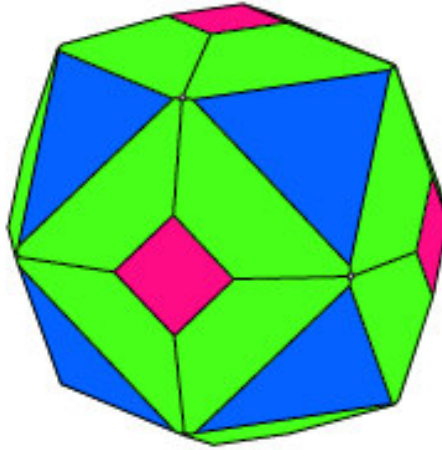
Silizium besitzt eine Reihe von Eigenschaften, die abhängig von der Kristallorientierung und somit anisotrop sind. Dazu gehört auch die Oberflächenenergie der einzelnen kristallographischen Flächen. Die Oberflächenenergie kann nicht direkt gemessen werden und muss über atomistische Simulationsrechnungen bestimmt werden. Tabelle 1 fasst die aus der Literatur bekannten Oberflächenenergien für die {100}, {110}, {111} und {113} Oberflächen des Siliziums zusammen.

**Tabelle 1:** Berechnete Oberflächenenergien für {100}-, {110}-, {111}- und {113} orientierte Silizium Oberflächen.

Oberflächenenergie [J/m <sup>2</sup> ]				
{100}	{110}	{111}	{113}	Referenz
1,41	1,63	1,36	1,40	[41, 42]
1,36	1,43	1,23	1,38	[43]

Die Energie der {110} Orientierung ist deutlich höher als die Oberflächenenergien der {100}, {113} und {111} Flächen. Dies lässt sich auch an der Wulff'schen Konstruktion des

Siliziums erkennen, die in Abbildung 5 dargestellt ist [44]. Die  $\{110\}$  orientierten Flächen treten in der Gleichgewichtsform des Siliziums kaum auf, während die  $\{110\}$ ,  $\{111\}$  und  $\{113\}$  Orientierungen große Flächenanteile besitzen.



**Abbildung 5:** Wulff Konstruktion der Gleichgewichtsform von Silizium berechnet für die  $\{100\}$  (rot),  $\{110\}$  (grau),  $\{111\}$  (blau) und  $\{113\}$  (grün) Orientierung [44].

### 2.2 Kristalldefekte in multikristallinem Silizium

Es existiert kein realer Kristall, der keinerlei Kristalldefekte besitzt. Je nach Anzahl und Dichte können diese Kristalldefekte einen erheblichen Einfluss auf die Materialeigenschaften nehmen. Üblicherweise erfolgt die Einteilung solcher Kristalldefekte nach ihrer räumlichen Ausdehnung [45].

- 0-dimensionale Defekte = Punktdefekte
- 1-dimensionale Defekte = Versetzungen
- 2-dimensionale Defekte = Korngrenzen, Zwillinge, Stapelfehler, ...
- 3-dimensionale Defekte = Ausscheidungen, Einschlüsse, ...

Im mc-Silizium gibt es zu allen Gruppen entsprechende Kristalldefekte. Anhand der aktuellen Literatur ist allerdings bekannt, dass vor allem Versetzungen im Zusammenspiel mit Korngrenzen einen signifikanten Einfluss auf die elektrischen Eigenschaften und somit auf den Solarzellenwirkungsgrad haben. Deshalb stehen diese Kristalldefekte im Fokus der Arbeit. In den nächsten beiden Abschnitten werden beide Kristalldefekte hinsichtlich ihrer Klassifizierung, Entstehung, Ausprägung sowie ihrer elektrischen Aktivität näher betrachtet.

### 2.2.1 Versetzungen

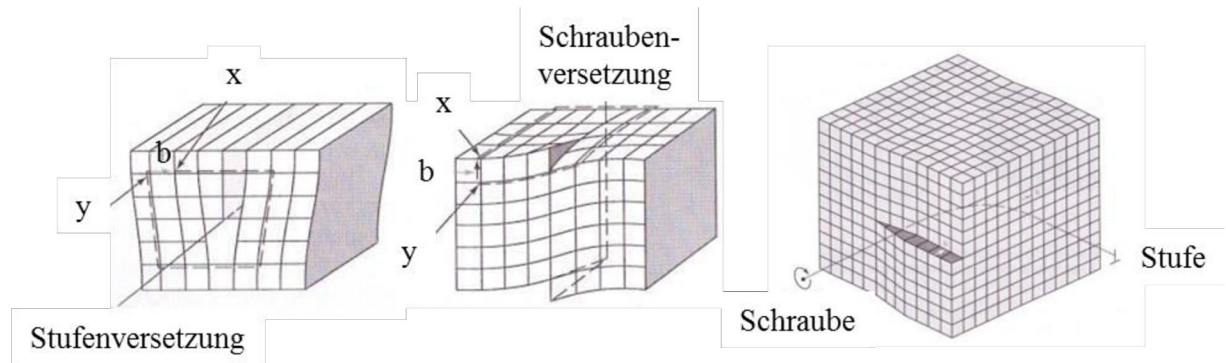
#### Definition und Klassifizierung:

Versetzungen sind ausgedehnte eindimensionale Gitterdefekte. Sie sind durch ein Linien-element parallel zur Versetzungslinie und dem Burgers-Vektor  $b$  charakterisiert, der ein Maß für die Richtung und Größe der Gitterverzerrung ist. Für die Bestimmung des Burgers-Vektor muss das gestörte mit dem ungestörten Kristallgitter verglichen werden. Dafür werden im gestörten Kristallgitter die elementaren Schritte (von Atom zu Atom) beim Umlauf um die Versetzung in jede Richtung gezählt. Anschließend müssen genau dieselben Schritte in einem ungestörten Kristallgitter wiederholt werden. Jedoch wird der dabei entstehende Ring nicht mehr geschlossen sein. Der fehlende elementare Schritt, der zum Schließen des Ringes notwendig ist, ist letztendlich der Burgers-Vektor. Es wird zwischen verschiedenen Versetzungstypen unterschieden, die sich nach dem Winkel  $\alpha$  zwischen der Versetzungslinie und dem Burgers-Vektor einteilen lassen [46, 47]. Zwei Grenzfälle stellen dabei die reine Stufen- ( $\alpha=90^\circ$ ) und die reine Schraubenversetzung ( $\alpha=0^\circ$ ) dar.

Die Stufenversetzung kann sich vereinfacht so vorgestellt werden, dass man einen perfekten Kristall teilweise längs einer Ebene aufschneidet und anschließend beide Teilkristalle entlang der Schnittlinie verschiebt (Abbildung 6, Links).

Eine Schraubenversetzung erhält man, indem die beiden Teilkristalle parallel zur Schnittlinie verschoben werden (Abbildung 6, Mitte).

Neben der reinen Stufenversetzung und der reinen Schraubenversetzung treten auch Mischformen auf, die sowohl einen Stufen- als auch einen Schraubenanteil besitzen (Abbildung 6, Rechts). Speziell für Silizium ist die sogenannte  $60^\circ$  Versetzung zu nennen. Der Burgers-Vektor liegt hier in einem Winkel von  $60^\circ$  zum Linienelement, wobei davon ausgegangen wird, dass die  $60^\circ$  Versetzung in eine  $30^\circ$  und  $90^\circ$  Partialversetzung dissoziiert ist. Dabei sind beide Partialversetzungen durch einen Stapelfehler miteinander verbunden und weisen keine offenen Bindungen auf [48, 49, 50, 51, 52, 53].



**Abbildung 6:** Schematische Darstellung einer Stufenversetzung (links), Schraubenversetzung (mitte) und einer Mischversetzung (rechts). Die Abbildungen wurden aus [46] entnommen.

Im mc-Silizium wird davon ausgegangen, dass ein Großteil der Versetzungen reine Schraubenversetzungen und  $60^\circ$  Versetzungen sind [48].

### Entstehung, Bewegung und Multiplikation:

Während des Kristallzüchtungsprozesses von mc-Silizium entstehen stets Versetzungen. Ursachen dafür sind die hohen Temperaturgradienten während der Züchtung, die zu hohen thermomechanischen Spannungen und somit zur Versetzungsgeneration führen. Die Versetzungsgeneration wird dabei stets an bereits vorhandenen Kristalldefekten wie beispielsweise Punktdefektagglomeraten, mikroskopischen Ausscheidungen oder Korngrenzen stattfinden, da diese gestörten Bereiche lokal eine Gitterverzerrung hervorrufen und somit ein zusätzliches Spannungsniveau erzeugen [54, 55]. Eine zusätzliche Versetzungsquelle ist die lokale Anhäufung des Kristalls an den Tiegelrändern. Die dadurch entstehenden Spannungen können ebenfalls zur Generation von Versetzungen führen.

Ist eine Versetzung einmal generiert, so kann sie sich im Silizium bewegen. Ihre Bewegung findet in Silizium stets auf den vier dichtest gepackten Gleitebenen  $\{111\}$  statt, da diese den geringsten Reibungswiderstand besitzen und die Gitterverzerrung minimieren. Für die Gleitrichtung werden oft die kürzesten Gittertranslationsvektoren bevorzugt. Dies entspricht im Falle von Silizium den drei  $\langle 110 \rangle$ -Richtungen. Daraus ergibt sich, dass für das Silizium 12 gleichberechtigte Gleitsysteme existieren, in denen sich die Versetzungen bewegen.

Die Bewegung auf den Gleitebenen verursacht ihrerseits eine mikroskopische Abgleitung und somit eine makroskopische Formänderung. Es wird dabei in zwei Grundtypen unterschieden: Die konservative Bewegung (Gleiten), bei der das Kristallvolumen nicht verändert wird und die nicht-konservative Bewegung (Klettern), bei der das Volumen des Kristalls ver-

ändert wird. Der letztere Bewegungsmechanismus kann nur bei Stufenversetzungen und erhöhten Temperaturen stattfinden [58].

Damit eine massive Versetzungsbewegung stattfindet, muss die sogenannte Peach-Koehler-Kraft in der Gleitebene in Richtung des Burgers-Vektors auf die Versetzung wirken. Diese Kraft wird durch den Burgers-Vektor und die Schubspannung bestimmt. Dabei berechnet sich die für eine Abgleitung notwendige Schubspannung  $\tau_s$  über das Schmid'sche Schubspannungsgesetz [47].

$$\tau_s = \cos \kappa \cdot \cos \lambda \cdot \delta = m \cdot \delta \quad (2)$$

Die Gleichung bestimmt die wirksame Schubspannung in Abhängigkeit einer äußerlich angelegten Spannung  $\sigma$ , die in relativer Richtung auf ein Gleitsystem einwirkt. Der Schmid-Faktor  $m$  ( $0 \leq |m| \leq 0,5$ ) ist dabei die entscheidende Größe. Er ist das Ergebnis aus dem Verhältnis der auftretenden Spannungen zur einwirkenden Spannung. Für den Fall das mehrere Gleitsysteme vorhanden sind, wird das Gleitsystem mit dem höchsten Schmid-Faktor zuerst aktiviert und stellt somit das dominierende Gleitsystem dar.

Jede Versetzung bildet um sich ein Spannungsfeld aus, welches wiederum zu einer Wechselwirkung der Versetzungen untereinander führen kann. Dabei kann es zu einer Abstoßung, Annihilation oder periodischen Anordnung der Versetzungen kommen [47, 56, 57].

Infolge der Bewegung und Reaktion von Versetzungen können verschiedene Multiplikationsmechanismen auftreten. Bewegen sich beispielsweise zwei aufgespaltete Versetzungen auf sich schneidenden Gleitsystemen können sich beide Versetzungen in der Schnittebene treffen und miteinander reagieren. Ein in der Diamantstruktur häufig vorkommendes Resultat einer solchen Reaktion ist die Lomer-Cottrell-Versetzung, deren Burgers-Vektor parallel zu den ursprünglichen Gleitebenen liegt [59]. Das Ergebnis ist eine immobile Versetzung, die gleichzeitig eine Sperre für andere Versetzungen darstellt. Eine solche Sperre ist häufig der Ausgangspunkt für eine Versetzungsmultiplikation nach dem Frank-Read-Mechanismus [60, 61]. Andere typische Multiplikationsmechanismen im mc-Silizium sind die Doppelgleitung von Schraubenversetzungen [62, 59] und die Bardeen-Herring-Quelle [63].

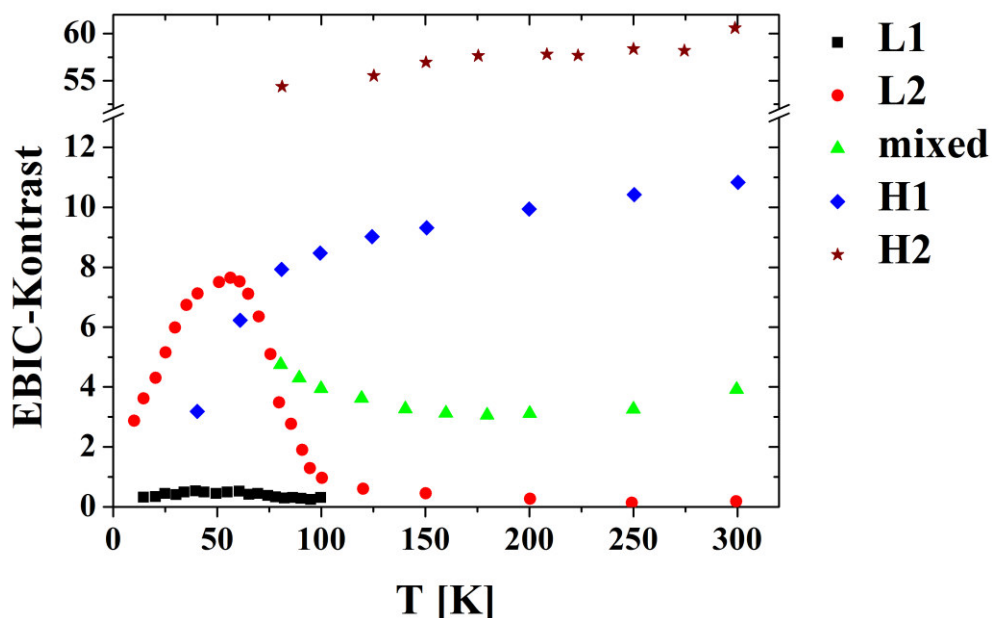
### Versetzungsstrukturen in mc – Si:

Im mc-Silizium ergeben sich durch die eben beschriebenen Entstehungs-, Bewegungs- und explosionsartigen Multiplikationsmechanismen Versetzungsdichten zwischen  $10^4$  und  $10^7$

Versetzungen/cm<sup>2</sup> [64, 65, 66]. Die Versetzungsdichteverteilung ist sehr inhomogen innerhalb des Kristalls. Die lokal sehr hohen Versetzungsdichten von  $10^7$  Versetzungen/cm<sup>2</sup> sind das Resultat einer periodischen Versetzungsanordnung [59, 67, 68]. Diese periodische Anordnung führt teilweise zur Bildung von Kleinwinkelkorngrenzen (Subkorngrenzen) und zur Entstehung ganzer Subkörner. Die so entstandene zelluläre Struktur kann in vielen Materialien beobachtet werden [56, 66] und wird in der folgenden Arbeit als Versetzungscluster bezeichnet.

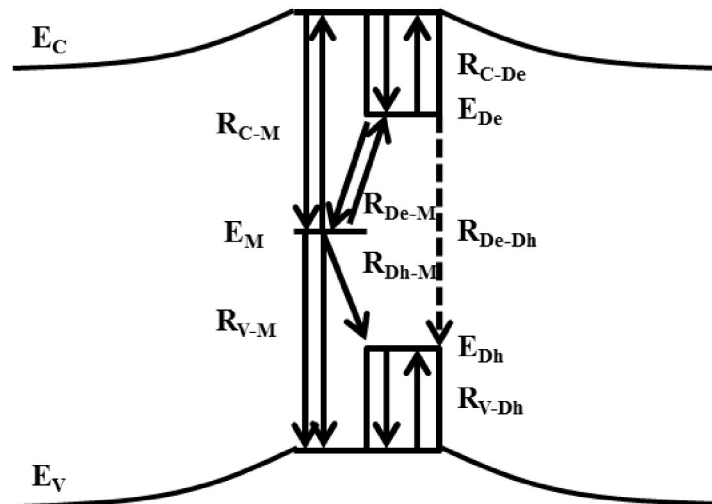
### Elektrische Aktivität:

Aus aktuellen Untersuchungen [69, 70, 71, 72] geht hervor, dass sich durch das elastische Spannungsfeld einer unkontaminierten Versetzung zwei flache Bänder nahe des Leitungsbandes  $D_e$  und nahe des Valenzbandes  $D_h$  in der Bandlücke abspalten. Die energetischen Unterschiede zum Leitungs- beziehungsweise Valenzband sind sehr gering, so dass sie eine flache Störstelle bilden, die bei Raumtemperatur keine intrinsische Rekombinationsaktivität besitzt. Im Falle von mc-Silizium sind die meisten Versetzungen jedoch herstellungsbedingt mit metallischen Verunreinigungen kontaminiert, welche die elektrischen Eigenschaften grundlegend ändern. Mit Hilfe des Electron-Beam-Current-Induced (EBIC) Verfahrens [73] konnte ein direkter Zusammenhang zwischen dem Grad der Versetzungscontamination und der elektrischen Aktivität hergestellt werden [74, 75, 76].



**Abbildung 7:** Darstellung des EBIC-Kontrastes, welcher direkt mit der elektrischen Aktivität korrelierbar ist, in Abhängigkeit von der Temperatur  $T$  und für unterschiedlich stark kontaminierte Versetzungen. L1 stellt eine nicht kontaminierte Versetzung, L2 eine mit  $10^4$ – $10^5$ , mixed eine mit  $10^5$ – $10^6$ , H1 eine mit  $10^6$  Verunreinigungsatomen/cm Versetzungslänge kontaminierte Versetzung und H2 eine mit Metallsiliziden kontaminierte Versetzung dar. Die Abbildung wurde nach [76] erstellt.

In Abbildung 7 ist der EBIC-Kontrast, welcher proportional zur elektrischen Aktivität ist, über der Temperatur für verschieden stark kontaminierte Versetzungen aufgetragen. Die L1-Versetzung stellt eine unkontaminierte Versetzung dar und zeigt bei Raumtemperatur, wie bereits beschrieben, keinerlei elektrische Aktivität. Die L2-Versetzungen sind mit  $10^4$ - $10^5$ , die mixed-Versetzungen mit  $10^5$ - $10^6$  und die H1-Versetzungen mit  $10^6$  metallischen Verunreinigungsatomen pro cm Versetzungslänge kontaminiert. Es ist zu erkennen, dass mit steigender Kontamination der EBIC-Kontrast und somit die elektrische Aktivität der Versetzungen zunimmt. Die stärkste elektrische Aktivität zeigen solche Versetzungen H2, die mit Metallsiliziden dekoriert sind. Kveder et. al. [76] haben ein Bändermodell erstellt (Abbildung 8), welches die unterschiedlichen EBIC-Kontraste in Abhängigkeit vom Kontaminationsgrad sehr gut erklären kann. Die nicht kontaminierten Versetzungen stellen, wie bereits beschrieben, mit  $E_{De}$  und  $E_{Dh}$  nur sehr flache Niveaus in der Bandlücke dar. Eine direkte Rekombination zwischen  $E_{De}$  und  $E_{Dh}$  kommt nur sehr selten vor, was eine geringe elektrische Aktivität nach sich zieht. Sobald sich jedoch nahe oder direkt im Versetzungskern Verunreinigungsatome befinden, werden tiefe Störstellen  $E_M$  innerhalb der Bandlücke erzeugt. Die Rekombination der Ladungsträger erfolgt anschließend über eine Vielzahl von möglichen Rekombinationspfaden, welche in Abbildung 8 durch ein R gekennzeichnet sind. Die tiefgestellten Buchstaben kennzeichnen dabei die Energieniveaus, zwischen denen die Rekombination stattfindet. Die stärksten Rekombinationsraten konnten auf den Pfad  $E_C$ - $E_{De}$ - $E_M$ - $E_{Dh}$ - $E_V$  zurückgeführt werden [76].



**Abbildung 8:** Energiebandschema nach Kveder et.al. [76] einer kontaminierten Versetzung.  $D_e$  und  $D_h$  sind die flachen Störstellen, die aufgrund des elastischen Spannungsfeldes entstehen.  $M$  zeigt dagegen die tiefe Störstelle, die durch die Kontamination entsteht. Die höchsten Rekombinationsraten werden über den Pfad  $D_e$ - $M$ - $D_h$  erzielt. Die Abbildung wurde nach [76] erstellt.



Aufgrund der hohen Grundkontamination der Übergangsmetalle, welche unter anderem auf die hohen Diffusionskonstanten im Silizium bei hohen Temperaturen zurückzuführen ist [77], ist ein Großteil der Versetzungen elektrisch aktiv [78]. Die daraus resultierende erhöhte SRH-Rekombination, die eben beschrieben wurde, führt zu einer Verringerung der Minoritätsladungsträgerlebensdauer und somit zu einer Verringerung des Solarzellenwirkungsgrades. In der Literatur konnte ein exponentieller Zusammenhang zwischen der Minoritätsladungsträgerlebensdauer und dem Solarzellenwirkungsgrad gezeigt werden [79]. Für eine Erhöhung des Solarzellenwirkungsgrades könnten demnach reinere Materialien genutzt werden, um den Verunreinigungseintrag zu minimieren, oder aber der Versetzungsanteil reduziert werden.

### 2.2.2 Korngrenzen

#### Definition und Klassifizierung:

Mc-Silizium besteht aus einer Vielzahl an Körnern, die sich in ihrer Orientierung unterscheiden. Die dazwischenliegende Grenzfläche wird als Korngrenze bezeichnet und stellt eine Übergangszone mit gestörter atomarer Anordnung dar. Eine gängige Einteilung der Korngrenzen erfolgt nach dem Grad des Orientierungsunterschiedes (Winkelabweichung  $\theta$ ) benachbarter Körner. Es wird dabei zwischen Klein- und Großwinkelkorngrenzen unterschieden, wobei der Übergangsbereich zwischen diesen beiden Typen nicht klar definiert ist und zwischen  $4^\circ$  und  $15^\circ$  liegt [47, 58, 80]. Eine Kleinwinkelkorngrenze oder auch Subkorngrenze besteht vollständig aus Versetzungen und bildet sich durch die bereits beschriebene periodische, parallele Anordnung von Versetzungen. Die Großwinkelkorngrenzen unterscheiden sich teilweise sehr stark hinsichtlich ihrer physikalischen und kristallographischen Eigenschaften.

Für eine genauere Klassifizierung der Großwinkelkorngrenzen wird die sogenannte Koinzidenz-Gitter-Theorie CSL verwendet [81]. Dabei werden die Kristallgitter zweier benachbarter Körner imaginär übereinandergelegt, so dass sich beide Körner Gitterpunkte teilen können. Diese Gitterpunkte bilden dann das Koinzidenzgitter, welches durch einen  $\Sigma$ -Wert beschrieben wird. Der  $\Sigma$ -Wert ist letztendlich der reziproke Anteil der gemeinsamen Gitterpunkte benachbarter Körner. Die dementsprechend eingeteilten Korngrenzen werden deswegen auch als  $\Sigma$ -Korngrenzen oder CSL-Korngrenzen bezeichnet.

Die symmetrischste Korngrenze, die auf diesen Weg eingeteilt werden kann, ist die  $\Sigma 3$ -Korngrenze, die auch Zwillingskorngrenze 1. Ordnung genannt wird. Bei einer  $\Sigma 3$ -Korngrenze teilen sich dem  $\Sigma$ -Wert entsprechend beide Körner jedes dritte Atom.

Die Einteilung der  $\Sigma$ -Korngrenzen wird aus praktischen Gründen nur bis zu einem  $\Sigma$ -Wert von 49 durchgeführt, wobei wegen der Kristallsymmetrie nur ungerade Werte existieren. Jede Korngrenze, die keinem  $\Sigma$ -Wert zugeordnet werden kann, wird als sogenannte random-Korngrenze bezeichnet.

Neben der imaginären Vorstellung des Übereinanderlegens benachbarter Kristallgitter können die CSL-Korngrenzen auch durch eine Rotation um den Winkel  $\theta$  um die Rotationsachse  $\langle hkl \rangle$  beschrieben werden. Für Silizium sind die Rotationswinkel und Rotationsachsen der wichtigsten CSL-Korngrenzen in Tabelle 2 zusammengefasst [82]. Theoretisch würde bei kleinsten Winkelabweichungen, die  $\Sigma$ -Symmetrie der Korngrenze verloren gehen. In der Praxis wird jedoch davon ausgegangen, dass eine gewisse Fehlorientierung durch Versetzungen ausgeglichen werden kann [83]. Für die Berechnung der Winkeltoleranz bezogen auf den  $\Sigma$ -Wert hat sich in Silizium das sogenannte Brandon Kriterium durchgesetzt [84].

$$\Delta\theta = 15^\circ / \sqrt{\Sigma} \quad (3)$$

**Tabelle 2:** Die wichtigsten CSL-Korngrenztypbeziehungen zwischen zwei benachbarten Körner mit den dazugehörigen Rotationsachsen und -winkeln sowie der maximalen Winkeltoleranz nach dem Brandon Kriterium.

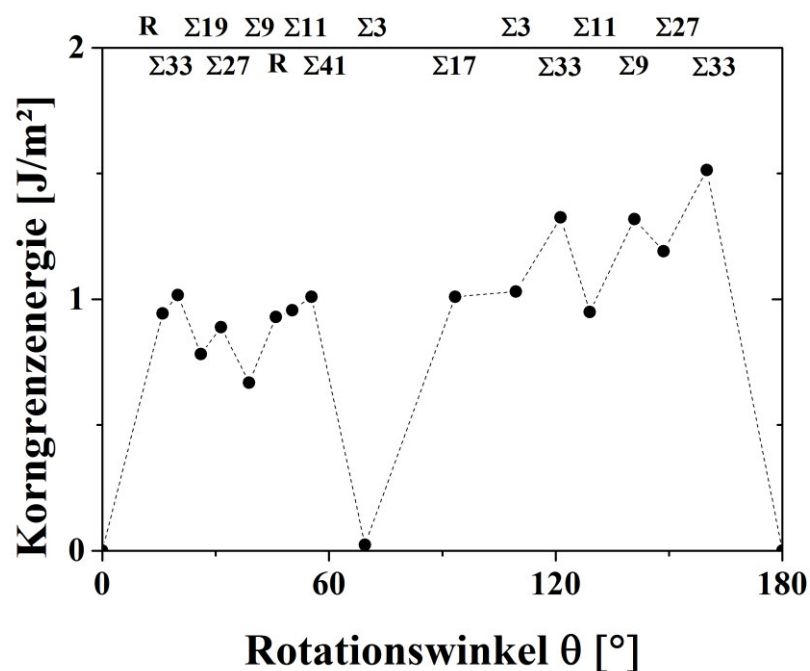
$\Sigma$	Rotationsachse und -winkel	Winkeltoleranz nach [84]
3	$\langle 111 \rangle / 60^\circ$	$\pm 8,7^\circ$
5	$\langle 100 \rangle / 36.87^\circ$	$\pm 6,7^\circ$
9	$\langle 110 \rangle / 38.94^\circ$	$\pm 5^\circ$
27a	$\langle 110 \rangle / 31.59^\circ$	$\pm 2,9^\circ$
27b	$\langle 210 \rangle / 35.43^\circ$	$\pm 2,9^\circ$

Es sei an dieser Stelle erwähnt, dass durch die CSL-Klassifizierung der Korngrenzen nur die Beziehung der benachbarten Körner zueinander beschrieben wird. Es kann allerdings keine Aussage über die Lage der Korngrenzebene gegeben werden. Diese beeinflusst beispielsweise die elektrische Aktivität (Abbildung 10). Dagegen hat die Lage der Korngrenzebene keinen Einfluss auf die Bewegung von Versetzungen, die im Wesentlichen durch die Korngrenztypbeziehung beeinflusst wird (siehe Abschnitt 2.2.3). Wenn im Verlaufe der Arbeit von Korngrenzen gesprochen wird, so ist stets die Korngrenztypbeziehung gemeint und die Lage der Korngrenzebene wird nicht mit betrachtet.

### Energetische Betrachtung:

Die spezifische Korngrenzenergie einer Korngrenze hat einen entscheidenden Einfluss auf deren Bildung und Entwicklung, da das gesamte System stets bemüht ist, die Gibb'sche Gesamtenergie zu minimieren. Die Korngrenzenergie kann nicht experimentell ermittelt werden. Für deren Bestimmung existieren verschiedene Modelle, welche mit interatomaren Potentialen rechnen. Erste Ergebnisse wurden durch Möller et.al. [85] präsentiert und im Laufe der Zeit weiter verbessert [86, 87]. Abbildung 9 stellt die spezifische Korngrenzenergie in Abhängigkeit von dem Verkipfungswinkel  $\theta$  um die [110]-Achse dar. Demnach besitzt die  $\Sigma 3$ -Korngrenze die deutlich geringste Korngrenzenergie. Mit höheren  $\Sigma$ -Werten steigt auch die Korngrenzenergie, wobei keine direkte Korrelation zu dem  $\Sigma$ -Wert existiert.

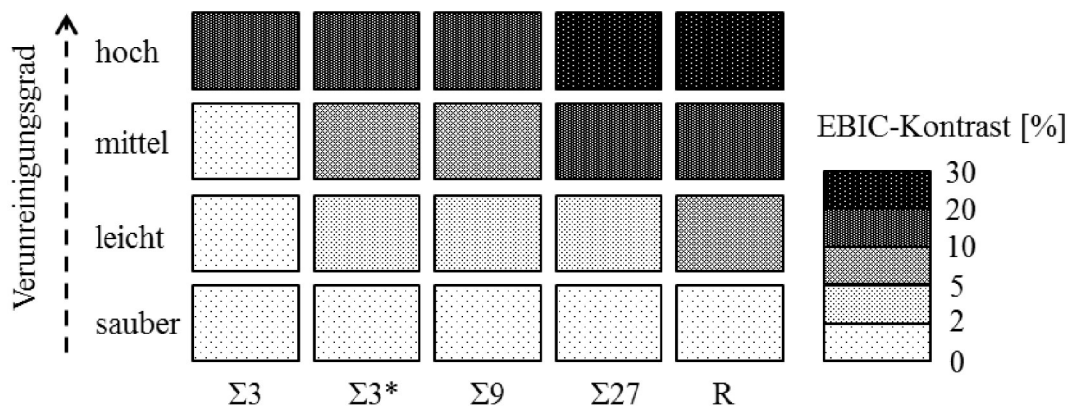
Experimentelle Ergebnisse im mc-Silizium bestätigen [20, 88, 89], dass das System aus energetischen Gründen bevorzugt  $\Sigma 3$ -Korngrenzen ausbildet. Es wurde ebenfalls beobachtet, dass sich Korngrenzen niedriger Symmetrie aus energetischen Gründen zu Korngrenzen höherer Symmetrie unter Bildung eines Kornes umwandeln können [90]. Hier sei zum Beispiel die Umwandlung einer  $\Sigma 27$ -Korngrenze in eine  $\Sigma 3$ - und  $\Sigma 9$ -Korngrenze oder die Umwandlung einer random-Korngrenze in niederenergetische Korngrenzen genannt [91].



**Abbildung 9:** Darstellung der spezifischen Korngrenzenergie verschiedener  $\Sigma$ -Korngrenzen, wobei R einer random-Korngrenze entspricht, in Abhängigkeit des Rotationswinkels  $\theta$  um die [110]-Achse. Bei  $0^\circ$  und  $180^\circ$  würden zwei kristallographisch identische Körner nebeneinander liegen. Die Abbildung wurde nach [86] erstellt.

### Elektrische Aktivität:

Korngrenzen zeigen hinsichtlich ihrer elektrischen Aktivität ein ähnliches Verhalten wie Versetzungen. Im reinen/unkontaminierten Zustand besitzen sie nur flache Störstellen innerhalb der Bandlücke und wirken somit nur bedingt als Rekombinationszentren. Jedoch neigen Korngrenzen wie auch Versetzungen dazu, Verunreinigungen zu gettern [92, 93, 94, 95]. Dadurch werden tiefe Störstellen innerhalb der Bandlücke erzeugt, die als Rekombinationszentren wirken und somit die Minoritätsladungsträgerlebensdauer mindern. Es konnte eine Korrelation zwischen der elektrischen Aktivität und den CSL-Korngrenztypen sowie derer räumlichen Lage (Korngrenzebene) und dem Kontaminationsgrad hergestellt werden. Abbildung 10 zeigt ein entsprechendes Ergebnis aus der Literatur. Mittels EBIC wurden verschiedenen kontaminierte Korngrenztypen untersucht. Der EBIC-Kontrast ist dabei erneut ein Maß für das Rekombinationsverhalten - je höher der Kontrast, desto höher die elektrische Aktivität der Korngrenze.



**Abbildung 10:** Einteilung der Korngrenztypen hinsichtlich ihrer elektrischen Aktivität in Abhängigkeit vom Verunreinigungsgrad. Die Abbildung wurde nach [93] erstellt.

Während kohärente  $\Sigma 3$  {111}-Korngrenzen das schwächste Rekombinationsverhalten zeigen, besitzen inkohärente  $\Sigma 3$  {112}-Korngrenzen ( $\Sigma 3^*$  in Abbildung 10) bereits eine höhere elektrische Aktivität [93, 96]. Mit steigendem  $\Sigma$ -Wert der Korngrenze nimmt deren Rekombinationsrate zu [93]. Auch wenn die Kleinwinkelkorngrenze nicht mit in Abbildung 10 dargestellt wurde, so konnte in anderen Untersuchungen gezeigt werden, dass eine solche Aneinanderreihung von Versetzungen das stärkste Rekombinationsverhalten zeigt [97, 98].

### 2.2.3 Wechselwirkung zwischen Versetzungen und Korngrenzen

Es wurde bereits beschrieben, dass in mc-Silizium Versetzungsdichten zwischen  $10^4$  und  $10^7$  Versetzungen/cm<sup>2</sup> vorhanden sind. Eine der Ursachen liegt in dem Zusammenspiel zwischen Korngrenzen und Versetzungen begründet.

Wie bereits beschrieben wurde, entstehen Versetzungen häufig an Korngrenzen [99, 100, 101]. Erste statistische Untersuchungen zwischen dem Korngrenztyp und der Bildung von Versetzungen zeigten keinen eindeutigen Zusammenhang [102]. Es wird jedoch behauptet, dass an random-Korngrenzen eine reduzierte Versetzungsgeneration stattfindet, da diese bei hohen Temperaturen einen amorphen Charakter besitzen sollen.

Dagegen konnte eindeutig gezeigt werden, dass die Korngrenztypbeziehung einen entscheidenden Einfluss auf die Bewegung und Ausbreitung von Versetzungsclustern hat. Während die Versetzungen über einen Großteil der  $\Sigma 3$ -Korngrenzen hinweggleiten können, wird ihre Bewegung von den anderen Korngrenztypen in der Regel blockiert. Dies liegt daran, dass sich für die Versetzungsbewegung über eine Korngrenze hinweg beide Körner ein Gleitsystem teilen müssen. Eine solche Bedingung kann nur bei kristallographisch sehr ähnlichen Körnern ( $\Sigma 3$ -Beziehung) erfüllt sein [103]. Demnach kann die Bildung sowie die Ausbreitung von Versetzungsclustern durch eine Variation der Korngrenztypverteilung signifikant beeinflusst werden.

### 3. Mess- und Auswertemethodik

Im folgenden Kapitel wird die Funktionsweise der verwendeten Charakterisierungsverfahren beschrieben und die Auswertung sowie Darstellung der relevanten Kenngrößen diskutiert. Die mit jedem Charakterisierungsverfahren ermittelten Kenngrößen sind in Tabelle 3 übersichtlich dargestellt. Am Ende eines jeden Abschnittes erfolgt eine Fehlerbetrachtung der verwendeten Messmethodik.

**Tabelle 3:** Zusammenfassung der verwendeten Messmethoden, das dafür verwendete Messprinzip sowie die aus der Messmethode resultierenden Kenngrößen.

Messmethode	Messprinzip	Kenngrößen
Korndetektion	Reflexionsmessung an as-cut Wafern	mittlere Korngröße $\bar{A}_{KG}$ [mm <sup>2</sup> ]
		Kornverteilung $CV_{KG}$ [a.u.]
		{hkl}-Flächenanteil $A_{KO}\%$ [%]
Kornorientierungs- und Korngrenztypdetektion	Röntgenbeugung (Laue- Verfahren) an as-cut Wafern	{hkl}-Kornanteil $N_{KO}\%$ [%]
		Orientierungsverteilung $CV_{KO}$ [a.u.]
		Korngrenztypflächenanteil $S_{KGT}\%$ [%]
		Korngrenztypanteil $N_{KGT}\%$ [%]
Ätzgrubendichtedetektion	Mikroskopische Auszählung von Einzelätzgruben an Secco geätzten Proben	Ätzgrubendichte $\rho$ [Ätzgruben/cm <sup>2</sup> ] Flächenanteil mit $\rho > 3 \times 10^5$ $A_p\%$ [%]
Detektion des rekombina- tionsaktiven Flächenanteils	Photolumineszenzmessung an as-cut Wafern	Rekombinationsaktiver Flächenan- teil $A_{PL}\%$ [%]

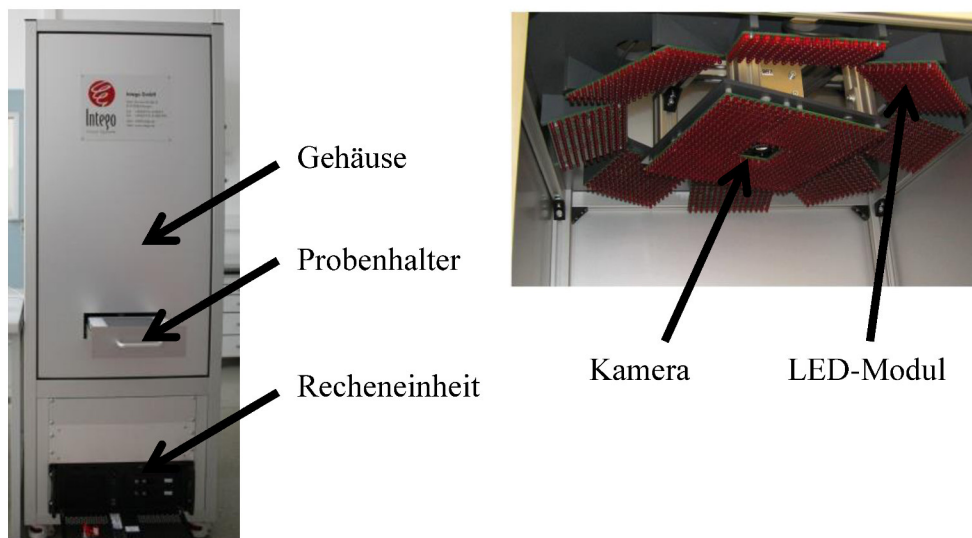
#### 3.1 Detektion der Körner

Für die automatische Detektion der Körner wurde das GEMINI-Tool der Firma Intego [104] verwendet, welches im Folgenden als Korndetektor bezeichnet wird.

##### 3.1.1 Aufbau und Funktionsweise

Für die Detektion der einzelnen Körner im mc-Silizium wird die orientierungsabhängige Reflexion von Licht ausgenutzt. Der Korndetektor besteht aus einem lichtundurchlässigen Ge-

häuse und einer Probenaufnahme (Abbildung 11), die Proben bis zu  $160 \times 160 \times 3 \text{ mm}^3$  in den Innenraum transportieren kann. Im Innenraum sind 20 LED-Module oberhalb der Probe angebracht. Für eine optimale Korndetektion wurden die LED-Module in unterschiedlichen Beleuchtungsebenen und Winkeln zur Probenoberfläche positioniert. In der untersten Beleuchtungsebene befinden sich 8 LED-Module, die  $50^\circ$  zur Probenoberfläche geneigt sind. In der oberen Beleuchtungsebene sind 4 und 8 LED-Module  $90^\circ$  beziehungsweise  $70^\circ$  zur Probenoberfläche positioniert (Abbildung 11).



**Abbildung 11:** Foto des Korndetektors (links) und Foto des Innenraums (rechts) mit der oberen Beleuchtungsebene (12 LED-Module) sowie der Kamera.

Für die Korndetektion werden alle LED-Module einzeln nacheinander angesteuert und somit 20 Bilder aufgenommen, die je nach Einfallswinkel unterschiedliche Körner abbilden. Aufgrund der unterschiedlichen Positionen der einzelnen LED-Module kommt es zu Helligkeitsgradienten innerhalb der Bilder, die mit Hilfe einer automatisierten Bildbearbeitung korrigiert werden.

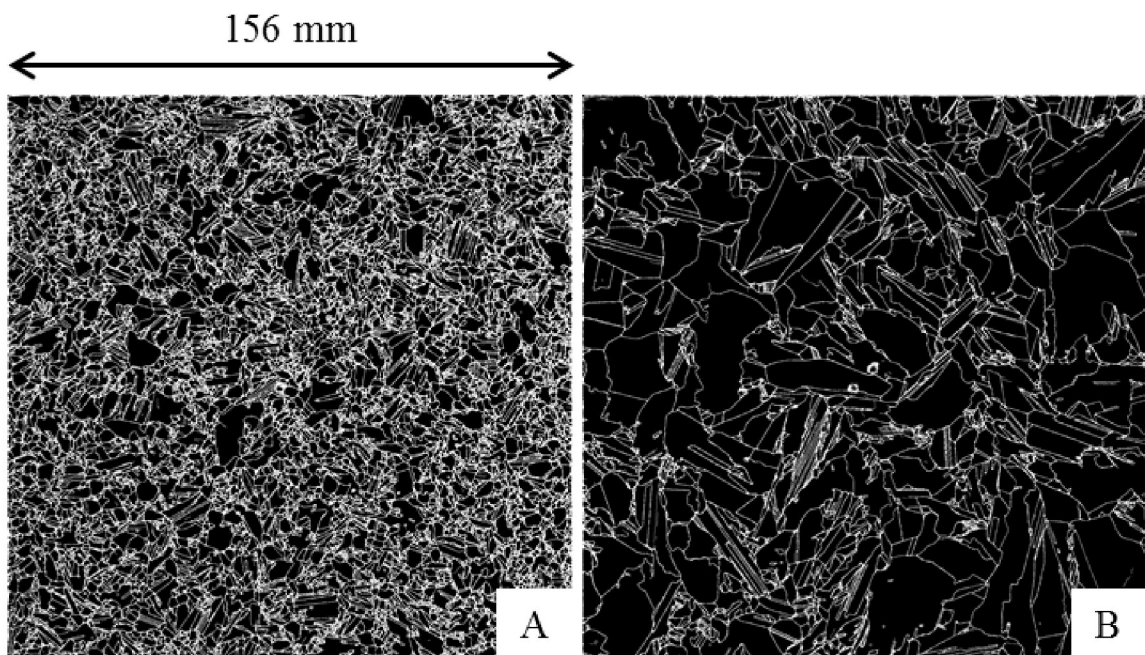
Im Anschluss folgt die eigentliche Kornsuche. Dafür werden mit Hilfe des Canny-Filters [105] Grauwertgradienten im Bild gesucht und somit die Korngrenzen zwischen den Körnern detektiert und ein Korngrenzenbild erzeugt. Die eigentliche Kornstrukturabbildung (Abbildung 12) ergibt sich aus der Summe der 20 einzelnen Korngrenzenbilder.

Für die Quantifizierung der Kornstruktur wurde eine Auswerteroutine in ImageJ programmiert. Dabei wird die binäre Kornstrukturabbildung des Korndetektors (Abbildung 12) importiert und über eine Schwellwertsetzung eine Vielzahl an Korngeometrieparametern für jedes

Korn exportiert. In der weiteren Arbeit wird jedoch nur auf die mittlere Korngröße und die Korngrößenverteilung eingegangen, um die aktuell in der Literatur vorhandene Unschärfe der Begrifflichkeit „einheitlich feinkörnig oder uneinheitlich grobkörnig“ zu quantifizieren.

#### 3.1.2 Definition der Kenngrößen

Die Fläche eines Kornes wird prinzipiell durch die Summation aller Pixel einer von der Korngrenze umschlossenen Fläche ermittelt. Dabei ist zu beachten, dass die Korngrenzen mit weißen Pixeln dargestellt werden (siehe Abbildung 12), die in Abhängigkeit der Gesamtkorngrenzlänge die detektierte Kornfläche verringern. Außerdem muss eine minimale Pixelanzahl beziehungsweise Kornfläche definiert werden, ab der ein Korn als solches betrachtet werden kann. Beides kann einen großen Einfluss auf die mittlere Korngröße und die Korngrößenverteilung haben. Im Folgenden wird die Auswirkung der Korngrenzen und der minimalen Pixelanzahl näher betrachtet.



**Abbildung 12:** Kornstrukturabbild von einem feinkörnigen Wafer A und einem grobkörnigen Wafer B.

#### Korrektur der Kornfläche

Abbildung 12 zeigt die Kornstrukturbilder eines feinkörnigen und grobkörnigen Wafers. Es ist deutlich zu erkennen, dass in Abhängigkeit der Kornstruktur der Anteil der weißen Pixel stark schwanken kann. Während bei dem feinkörnigen Wafer A ungefähr 29 % der Fläche mit



Korngrenzen bedeckt sind, sind es bei dem grobkörnigen Wafer B nur 11 %. Aufgrund der Tatsache, dass Korngrenzen keine signifikante flächenhafte Ausdehnung besitzen, wurde die Fläche jedes Kornes mit dem Korrekturfaktor  $f$  multipliziert, so dass die Summe aller Kornflächen der Gesamtfläche (weiße + schwarze Pixel) des Wafers entspricht.

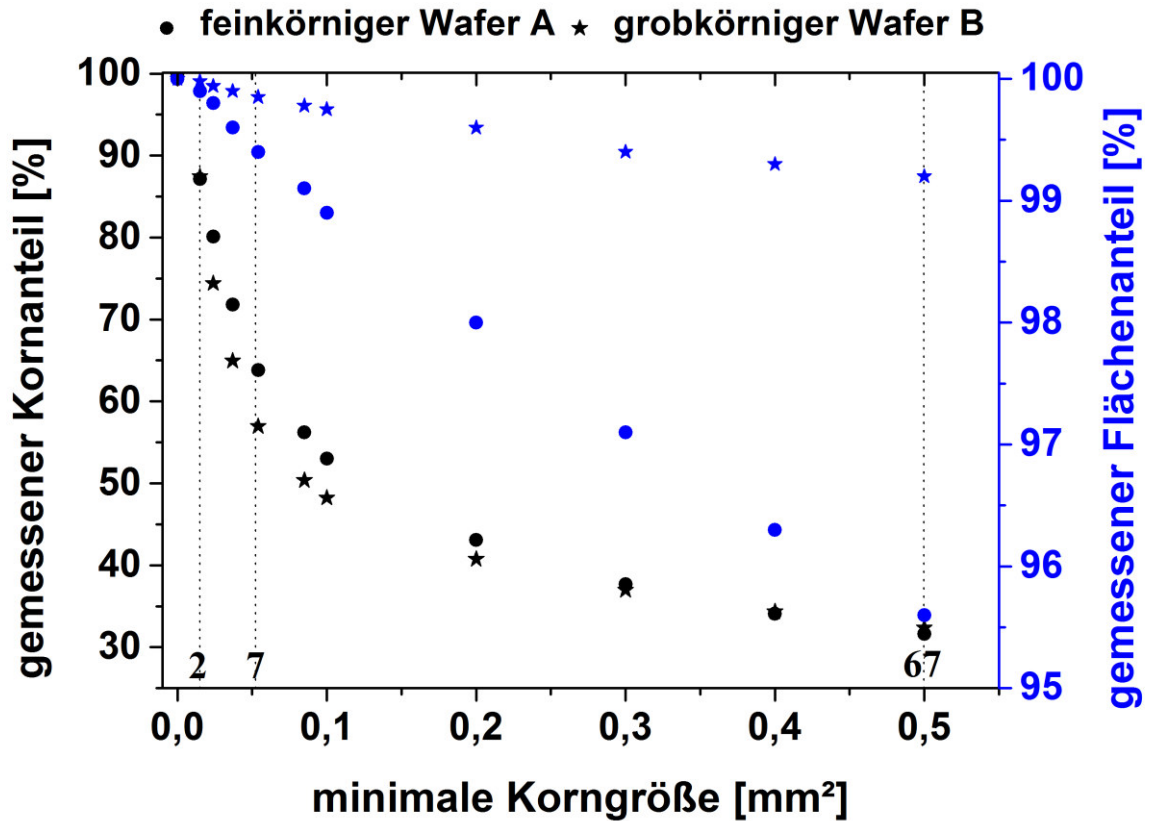
$$f = \frac{\text{Gesamtfläche}}{\text{Fläche der weißen Pixel}} \quad (4)$$

#### Definition der minimalen Korngröße

Um die minimale Korngröße zu definieren, wurden zwei stark unterschiedliche Kornstrukturen (siehe Abbildung 12) vermessen. Anschließend wurde für die Korngrößenauswertung das minimale Korngrößenkriterium variiert und der daraus resultierende Korn- und Flächenanteil berechnet. Das Ergebnis dieser Untersuchung ist in Abbildung 13 dargestellt.

Es ist deutlich zu erkennen, dass die minimal berücksichtigte Korngröße einen signifikanten Einfluss auf den gemessenen Korn- und Flächenanteil hat. Insbesondere der gemessene Kornanteil hängt von der Definition der minimalen Korngröße ab. Der anfänglich starke Abfall des Kornanteils beider Kornstrukturen zeigt, dass vermutlich nicht jeder einzelne schwarze Pixel ein Korn darstellt. Dieser Fehler entsteht vor allem durch die Überlagerung der einzelnen Korngrenzbilder.

Für die Auswertung der mittleren Korngröße und der Korngrößenverteilung wurden daher nur Körner betrachtet, die größer als  $0,05 \text{ mm}^2$  ( $>7$  Pixel) waren. In diesem Fall werden dort bei stark unterschiedlichen Gefügen vergleichbare Korn- und Flächenanteile bestimmt. Deshalb kann davon ausgegangen werden, dass 7 zusammenhängende Pixel tatsächlich ein Korn darstellen und kein Artefakt der bildbearbeitenden Auswertung sind.



**Abbildung 13:** Einfluss der minimal berücksichtigten Korngröße auf den gemessenen Korn- und Flächenanteil zweier stark unterschiedlicher Kornstrukturen (feinkörniger Wafer A und grobkörniger Wafer B aus Abbildung 12). Die gestrichelten senkrechten Linien zeigen die minimale Pixelanzahl (linker Strich = 2, mittlerer Strich = 7 und rechter Strich = 67).

Nachdem die Korngrenzfläche korrigiert und die minimale Korngröße festgelegt wurde, sollen die mittlere Korngröße und die Korngrößenverteilung definiert werden. Die mittlere Korngröße  $\bar{A}_{KG}$  (Formel 5) ist der Quotient aus der Summe aller Kornflächen  $A(k)$  ( $1 < k < N$ ) dividiert durch die Gesamtkornanzahl  $N$ .

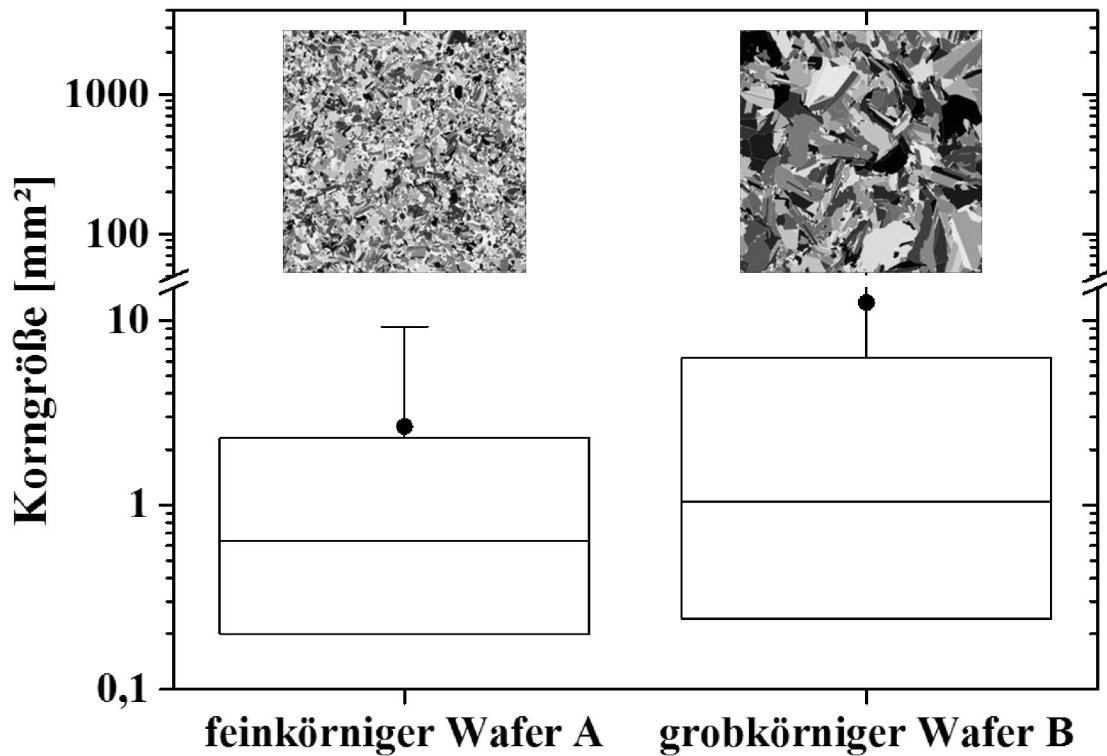
$$\bar{A}_{KG} = \frac{\sum_{k=1}^N A(k)}{N} \quad (A(k) > 0,05 \text{ mm}^2) \quad (5)$$

Für die Quantifizierung der Korngrößenverteilung wurde der Variationskoeffizient  $CV_{KG}$  genutzt, welcher wie folgt definiert ist:

$$CV_{KG} = \frac{\text{Standardabweichung}}{\bar{A}_{KG}} \quad (6)$$

Je höher demnach der  $CV_{KG}$  ist, desto inhomogener ist die Verteilung der betrachteten Korngröße.

Neben den beiden Parametern  $\bar{A}_{KG}$  und  $CV_{KG}$  existieren noch weitere statistische Parameter, die die Kornverteilung sehr gut beschreiben und mit Hilfe eines Box-Plot Diagrammes visualisiert werden können (Abbildung 14).



**Abbildung 14:** Korngrößenverteilung eines a) feinkörnigen und b) grobkörnigen mc-Siliziumwafers unter Nutzung des Box-Plot Diagrammes. Dabei stellt die untere Linie das 0,25-Quantil, die mittlere Linie den Median, die obere Linie das 0,75 Quantil, die Whisker die Standardabweichung und der Punkt das arithmetische Mittel dar.

Aus Abbildung 14 ergibt sich für den feinkörnigen Wafer A, dass 25 % der Körner kleiner sind als 0,2 mm², das 50 % der Körner kleiner sind als 0,6 mm² und 75 % der Körner kleiner sind als 2,3 mm². Die mittlere Korngröße liegt bei 2,7 mm². Die Standardabweichung beträgt 6,6 mm². Für den grobkörnigen Wafer B ergibt sich folgendes Bild: 25 % der Körner sind kleiner als 0,2 mm², 50 % der Körner sind kleiner als 1,0 mm², 75 % der Körner sind kleiner als 6,2 mm², die mittlere Korngröße beträgt 12,5 mm² und die Standardabweichung liegt bei 43,0 mm². In dem gewählten Beispiel wird deutlich, dass der feinkörnige Wafer A eine im Mittel um ~10 mm² kleinere Korngröße besitzt und somit wesentlich feinkörniger ist. Neben der Feinkörnigkeit kann aus dem Box-Plot auch abgelesen werden, dass der feinkörnige

Wafer A eine deutlich homogenere Korngrößenverteilung als der grobkörnige Wafer B besitzt. Dies ist an der kleineren Standardabweichung sowie dem geringeren Abstand der mittleren Korngröße vom Median zu erkennen. Für die Quantifizierung der Korngrößenverteilung des feinkörnigen Wafers A ergibt sich ein  $CV_{KG}$  von 2,5 und für den grobkörnigen Wafer B von 3,4.

### 3.1.3 Fehlerbetrachtung

Zunächst wurde der zufällige Fehler des Gerätes untersucht, in dem jeweils eine sehr fein- und grobkörnige mc-Siliziumprobe einmalig eingelegt und zehnmal nacheinander gemessen wurde. Anschließend wurden die Proben zehnmal neu positioniert und gemessen sowie viermal um 90° gedreht, um den Einfluss der Probenpositionierung auf das Ergebnis zu bestimmen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4 dargestellt. Es ergibt sich eine maximale relative Abweichung der mittleren Korngröße und des  $CV_{KG}$  von ungefähr 3%, unabhängig von der Kornstruktur des untersuchten Wafers.

**Tabelle 4:** Ergebnisse der Fehlerbetrachtung der Korngrößendetektion.

Wafer	Anzahl Messungen/ Probenpositionierungen	maximale Fehler $\bar{A}_{KG}$ [ % ]	maximale Fehler $CV_{KG}$ [ % ]
feinkörnig	10x / 1x	~1	~0,8
feinkörnig	10x / 10x	~2,4	~3
feinkörnig	4x / 4x	~0,3	~0,4
grobkörnig	10x / 1x	~2	~2
grobkörnig	10x / 10x	~1,8	~1,9
grobkörnig	4x / 4x	~2,1	~2,2

Aufgrund des Messverfahrens und der für die Korndetektion notwendigen bildbearbeitenden Schritte ist es möglich, dass nicht alle Korngrenzen erkannt werden. Somit können vereinzelt größere Körner detektiert werden, als real vorhanden sind. Auf der anderen Seite können Sägeriefen oder Verschmutzungen auf der Oberfläche „zusätzliche“ Körner erzeugen. Die untersuchten Wafer besaßen allerdings weder Sägeriefen noch Verschmutzungen, so dass die Wahrscheinlichkeit einer „zusätzlichen“ und somit falschen Korndetektion sehr gering ist.

Eine direkte Validierung der absoluten Korngrößen aller Körner eines Wafers konnte nicht durchgeführt werden, da keine alternative exakte Messung der Korngröße existiert. Damit in

der Arbeit der Fehler nicht unterschätzt wird, wird für  $\bar{A}_{KG}$  und  $CV_{KG}$  ein relativer Fehler von 10% angenommen.

## 3.2 Detektion der Kornorientierungen und Korngrenztypen

In den folgenden Abschnitten folgt die Beschreibung der neu entwickelten Kornorientierungs- und Korngrenztypdetektion, welche es ermöglicht die Kornorientierung und Korngrenztypen vollflächig auf 156x156 mm<sup>2</sup> as-cut mc-Siliziumwafern mit einer Dicke von 160µm zu bestimmen. Die Entwicklung des sogenannten Laue-Scanners [106] erfolgte in Zusammenarbeit mit GE-Inspection. Im Abschnitt 3.2.1 werden zunächst die theoretischen Grundlagen vorgestellt, ehe der Aufbau und die Anwendung des Messverfahrens für die Orientierungsmessung von mc-Siliziumproben im Abschnitt 3.2.2 beschrieben werden. Anschließend werden die wichtigsten Kenngrößen der Kornorientierungs- und Korngrenztypdetektion eingeführt. Am Ende erfolgt eine Fehlerbetrachtung des verwendeten Messsystems und der Auswertungsmethode.

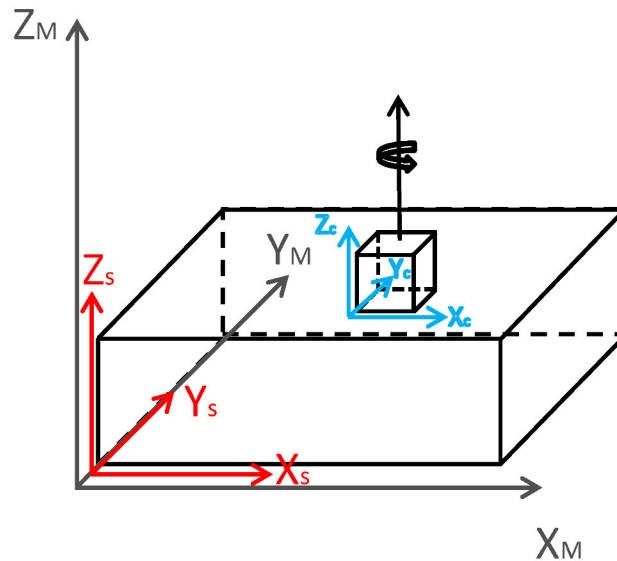
### 3.2.1 Theoretische Betrachtung

Für die eindeutige Definition und Bestimmung der Kornorientierung mit Hilfe des Laue Scanners müssen zunächst drei Koordinatensysteme definiert werden:

- Koordinatensystem des Messsystems
- Koordinatensystem der Probe
- Koordinatensystem des Kristalls

Die Koordinatenachsen des Messsystems  $X_M$ ,  $Y_M$  und  $Z_M$  und der Probe  $X_S$ ,  $Y_S$  und  $Z_S$  liegen parallel zueinander. Die Lage des Koordinatensystems des Kristalls  $X_C$ ,  $Y_C$  und  $Z_C$  ist dagegen von dem Kristallgitter der Probe abhängig beziehungsweise der einzelnen Körner eines multikristallinen Gefüges. Wenn die betrachtete Probe ein orthogonales Kristallsystem besitzt, bilden die kristallographischen [100], [010] und [001] Richtungen die  $X_C$ ,  $Y_C$  und  $Z_C$  Achsen des Kristallkoordinatensystems. Die Anordnung der verschiedenen Koordinatenachsen ist schematisch in Abbildung 15 dargestellt. Mit Hilfe dieser Anordnung ist es möglich, die Kristallorientierung jedes Korns in Bezug zur Waferoberfläche zu bestimmen. Zusätzlich kann auch die Rotation des Kristallgitters und somit die komplette Orientierungsmatrix ermit-

telt werden. Daraus ergibt sich, dass auch der Korngrenztyp zwischen benachbarten Körnern berechnet werden kann.



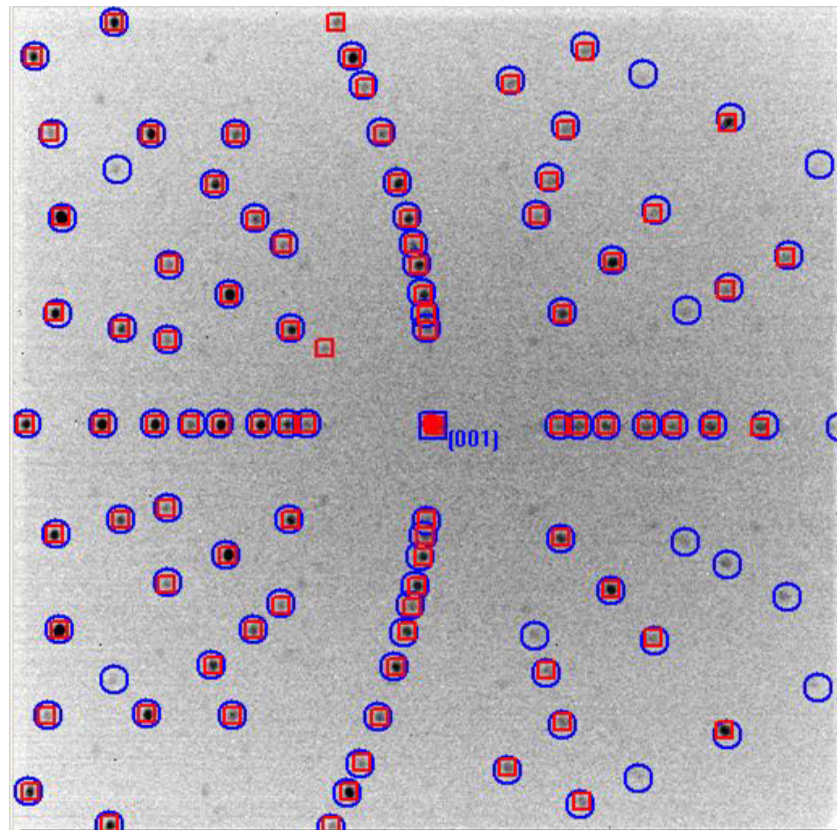
**Abbildung 15:** Schematische Darstellung der Lage der Koordinatensysteme, die die Kristallorientierung exakt definieren [106].

Für die Kornorientierungsmessung wurde die Laue-Methode verwendet, welche theoretisch nur für die Messung von einkristallinen Materialien geeignet ist. Im Falle von mc-Silizium kann diese Methode trotz allem angewendet werden, da jedes Korn quasi als Einkristall betrachtet werden kann. Es muss nur gewährleistet sein, dass der Durchmesser des Röntgenstrahls, der auf das Korn trifft, sehr viel kleiner ist als die mittlere Korngröße. Dies ist im Fall der hier untersuchten Proben gültig, da der Röntgenstrahl nur einen Brennfleck von  $0,2 \text{ mm}^2$  (Strahlendurchmesser =  $0,5 \text{ mm}$ ) besitzt, während die mittlere Korngröße typischerweise mehrere Quadratmillimeter beträgt.

Die Probe wird bei dem Verfahren mit weißer Röntgenstrahlung bestrahlt, welche ein Rückstreubeugungsbild (Laue-Muster) aller möglichen Netzebenenfamilien erzeugt. Entsprechend dem Braggschen Gesetz (Formel 7) [107] ist für jede Netzebene die passende Wellenlänge vorhanden, welche zur Interferenz führt. Dabei ist  $n$  eine natürliche Zahl,  $\lambda$  ist die Wellenlänge der Röntgenstrahlung,  $d_n$  der Netzebenenabstand und  $\theta_R$  der Winkel zwischen Röntgenstrahl und Netzebene.

$$n \cdot \lambda = 2d_n \cdot \sin \theta_R \quad (7)$$

Durch die Nutzung der polychromatischen Röntgenstrahlung ist es möglich mit einer festen Anordnung der Röntgenröhre, des Röntgenstrahls und des Flächendetektors alle möglichen Kristallorientierungen zu bestimmen. In der Arbeit werden vor allem die Kristallorientierungen betrachtet, die nahezu parallel zur  $Z_M$ -Achse des Messsystems liegen und somit der Wachstumsrichtung des mc-Siliziumkristalls entsprechen. In Abbildung 16 ist ein Beispiel für ein Laue-Muster eines Siliziumeinkristalls abgebildet. Die schwarzen Punkte zeigen das gemessene Beugungsmuster, welches automatisch detektiert und mit einem roten Rechteck gekennzeichnet wird. Die gefundenen Punkte werden im Anschluss mit einem simulierten Laue-Muster (blauen Kreise) verglichen und ein prozentuales Übereinstimmungskriterium ausgegeben.



**Abbildung 16:** Indiziertes Laue Muster eines (100) orientierten Siliziumeinkristalls: • gemessene Beugungspunkte, □ automatisch indizierte Beugungspunkte, ○ Position der simulierten Beugungspunkte [106].

In dem gezeigten Beugungsmuster beträgt die Übereinstimmung 97 %. Es handelt sich um einen (100) orientierten Siliziumeinkristall. Untersuchungen haben gezeigt, dass die automatische Bestimmung des Laue Musters bei Übereinstimmungen kleiner 70 % oft fehlerhaft ist. Damit letztendlich keine falsche Orientierung berechnet wird, werden alle Körner, die



ein Übereinstimmungskriterium kleiner 70 % besitzen, für die Auswertung ausgeschlossen. Eine mögliche Ursache dafür wäre beispielsweise ein zu kleines oder länglich geformtes Korn, so dass der Röntgenstrahldurchmesser Reflexe von mehreren benachbarten Körnern erfasst.

Anschließend wird mit Hilfe des generierten Laue Musters die Orientierungsmatrix  $g$  des gemessenen Korns bestimmt [32].

$$g = \begin{bmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \emptyset & \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \emptyset & \sin \varphi_2 \sin \emptyset \\ -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \emptyset & -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \emptyset & \cos \varphi_2 \sin \emptyset \\ \sin \varphi_1 \sin \emptyset & -\cos \varphi_1 \sin \emptyset & \cos \emptyset \end{bmatrix} \quad (8)$$

$$g = \begin{bmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{bmatrix} \quad (9)$$

Dabei sind  $\varphi_1$ ,  $\varphi_2$  und  $\emptyset$  die sogenannten Euler-Winkel, welche die Rotation des Kristalls beschreiben. Sie sind für die Überführung des Kristallkoordinatensystems in das Probenkoordinatensystem zu überführen. Die Parameter  $a_{11}$ ,  $a_{12}$ ,  $a_{13}$ ,  $a_{21}$ ,  $a_{22}$ ,  $a_{23}$ ,  $a_{31}$ ,  $a_{32}$  und  $a_{33}$  werden an der Stelle für eine vereinfachte Schreibweise der Ausdrücke innerhalb der Orientierungsmatrix eingeführt.

Aufgrund der vorher definierten Koordinatensysteme entspricht der  $(a_{11}a_{21}a_{31})$ -Vektor der Kristallorientierung in x-Richtung, der  $(a_{12}a_{22}a_{32})$ -Vektor der Kristallorientierung in y-Richtung und der  $(a_{13}a_{23}a_{33})$ -Vektor der Kristallorientierung in z-Richtung. Aufgrund der Berechnung von  $a_{11}$ ,  $a_{12}$ ,  $a_{13}$ ,  $a_{21}$ ,  $a_{22}$ ,  $a_{23}$ ,  $a_{31}$ ,  $a_{32}$  und  $a_{33}$  nehmen die Parameter Werte zwischen 0 und 1 an, während die Angabe der Kristallorientierung durch eine ganzzahlige Netzebene (hkl) erfolgt. Für die Berechnung der Kristallorientierung wurde daher ein mathematischer Algorithmus verwendet, der die ganzzahlige Netzebene (hkl) mit der geringsten Winkelabweichung zum  $(a_{11}a_{21}a_{31})$ -Vektor für die Kristallorientierung in x-Richtung, zum  $(a_{12}a_{22}a_{32})$ -Vektor für die Kristallorientierung in y-Richtung und zum  $(a_{13}a_{23}a_{33})$ -Vektor für die Kristallorientierung in z-Richtung bestimmt.

Sobald die Orientierung zweier benachbarter Körner gemessen werden konnte, wird im Anschluss der CSL-Korngrenztyp berechnet. Wie bereits in den Grundlagen (Abschnitt 2.2.2) erwähnt, wird der  $\Sigma$ -Korngrenztyp durch eine Rotationsachse ( $h_r$ ,  $k_r$ ,  $l_r$ ) und einen Rotationswinkel  $\omega$  ermittelt, welche die Orientierungsmatrix  $g_a$  von Korn A in die Orientierungsmatrix  $g_b$  von Korn B überführen. Für die Berechnung des Rotationswinkels und der Rotationsachse muss zunächst die Misorientierungsmatrix  $\Delta g$  zwischen Korn A und Korn B



berechnet werden (Formel 10). Im Falle von Silizium, welches 24 Symmetrieelemente besitzt (zweizählige Symmetrie der  $\langle 110 \rangle$ -Achsen, dreizählige Symmetrie der  $\langle 110 \rangle$ -Achsen und vierzählige Symmetrie der  $\langle 110 \rangle$ -Achsen), existieren 24 verschiedene Möglichkeiten, die Orientierung von Korn A mit der von Korn B in Deckung zu bringen. Um die Lösung mit dem kleinsten Rotationswinkel zu finden, muss die Misorientierungsmatrix von Korn A und Korn B mit den 24 Symmetriematrizen R multipliziert werden (Formel 11) und für jede Lösung nach Formel 12 der Rotationswinkel berechnet werden [32]. Die 24 Symmetriematrizen sind in Tabelle 5 zusammengefasst

$$\Delta g = g_A \cdot g_B^{-1} \quad (10)$$

$$\Delta g^i = R \cdot \Delta g \quad (11)$$

$$\omega = \arccos((\Delta g_{11}^i + \Delta g_{22}^i + \Delta g_{33}^i - 1) / 2) \quad (12)$$

**Tabelle 5:** Die 24 Symmetriematrizen R von Silizium.

$R_1 = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$	$R_2 = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$	$R_3 = \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$	$R_4 = \begin{pmatrix} 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$
$R_5 = \begin{pmatrix} 0 & 0 & -1 \\ 0 & -1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$	$R_6 = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 0 \end{pmatrix}$	$R_7 = \begin{pmatrix} 0 & 0 & -1 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix}$	$R_8 = \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$
$R_9 = \begin{pmatrix} 0 & 0 & -1 \\ 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$	$R_{10} = \begin{pmatrix} 0 & -1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$	$R_{11} = \begin{pmatrix} 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$	$R_{12} = \begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix}$
$R_{13} = \begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$	$R_{14} = \begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$	$R_{15} = \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ -1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$	$R_{16} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$
$R_{17} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 0 & 1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$	$R_{18} = \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$	$R_{19} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & -1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \end{pmatrix}$	$R_{20} = \begin{pmatrix} 0 & -1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$
$R_{21} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix}$	$R_{22} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix}$	$R_{23} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & -1 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \end{pmatrix}$	$R_{24} = \begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ 0 & -1 & 0 \end{pmatrix}$

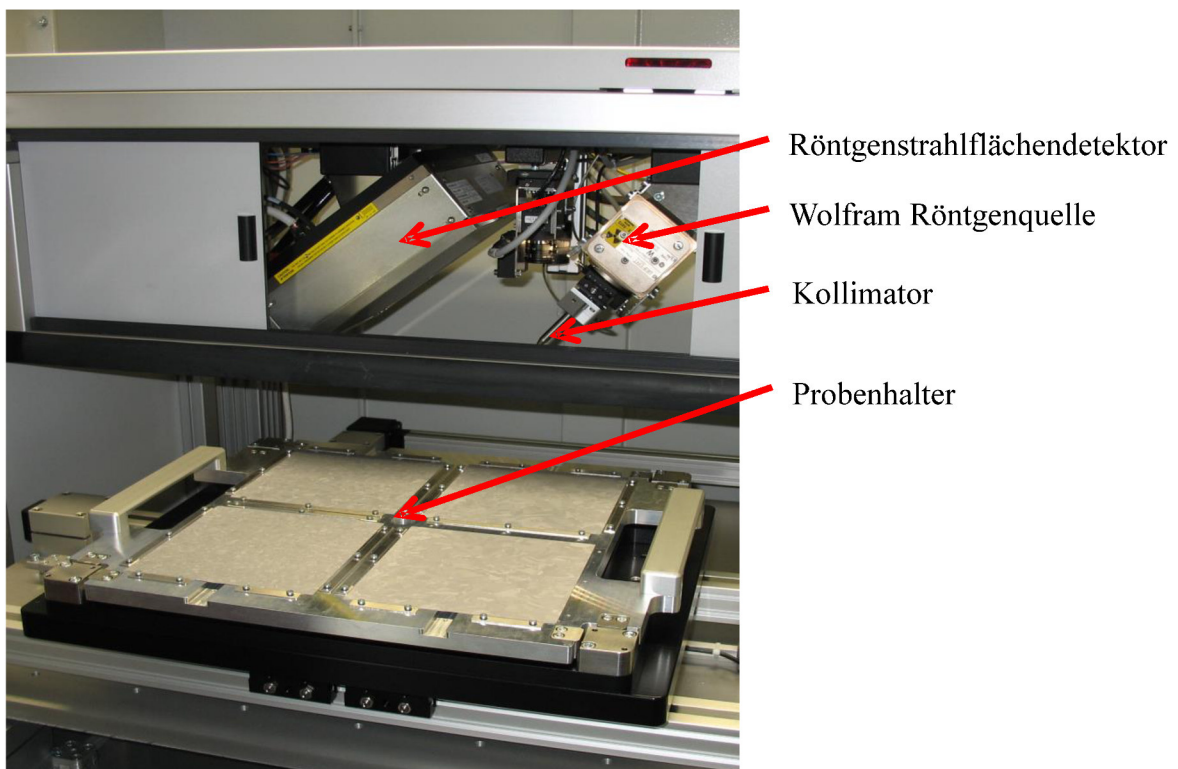
Nachdem der kleinste Rotationswinkel bestimmt wurde, kann unter Nutzung von Formel 13 die dazugehörige Rotationsachse berechnet werden.

$$\begin{pmatrix} h_r \\ k_r \\ l_r \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \Delta g_{23}^i - \Delta g_{32}^i \\ \Delta g_{31}^i - \Delta g_{13}^i \\ \Delta g_{12}^i - \Delta g_{21}^i \end{pmatrix} \quad (13)$$

Der erhaltene Rotationswinkel und die Rotationsachse werden unter Berücksichtigung des Brandon-Kriteriums [84] mit den tabellarisch vorhandenen Werten (Abschnitt 2.2.2; Tabelle 2) für die verschiedenen CSL-Korngrenztypen verglichen und schließlich der CSL-Korngrenztyp bestimmt.

### 3.2.2 Aufbau und Funktionsweise

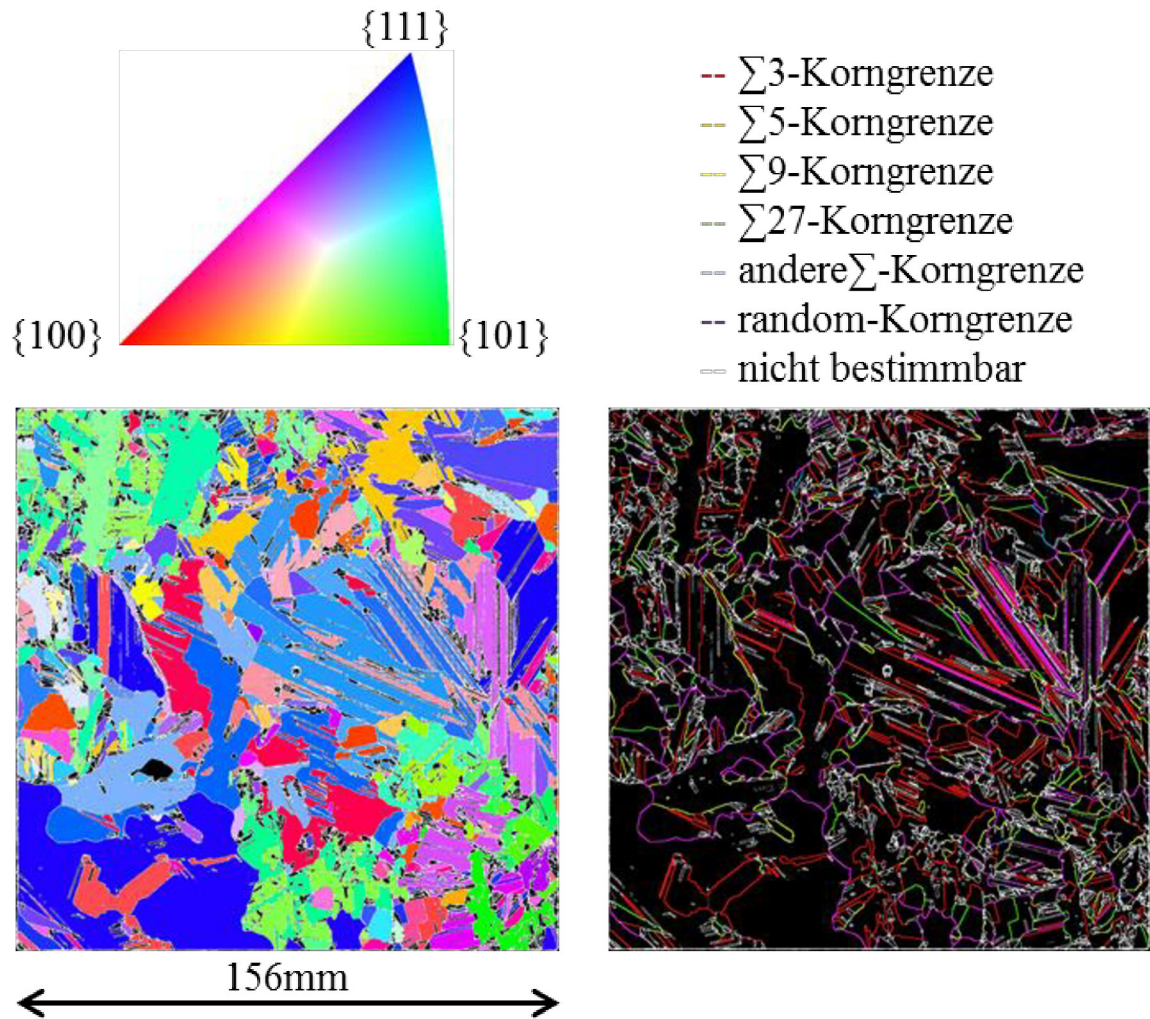
Der Laue Scanner (Abbildung 17) [106] besteht aus einem motorisiertem Probenstisch (380 x 400 x 500 mm<sup>3</sup>, maximales Belastungsgewicht = 40kg), einem 205 x 205 mm<sup>2</sup> Röntgenstrahlflächendetektor und einer Wolfram-Röntgenquelle (maximale Leistung 3000W). Die laterale Auflösung entspricht dem verwendeten Kollimator, welcher einen Durchmesser von 0,3 mm, 0,5 mm, 1 mm oder 2 mm besitzen kann. Mit sinkendem Röntgenstrahldurchmesser bei konstant bleibender Messzeit sinkt die Eingangsrate des Flächendetektors und somit die Qualität des Laue Musters. Für die in dieser Arbeit durchgeführten Messungen wurde ein 0,5 mm Kollimator verwendet, was einer Messzeit von ungefähr 10s pro Messpunkt entspricht.



**Abbildung 17:** Aufbau des Laue Scanners.

Theoretisch kann mit dem Aufbau des Messsystems die Kristallorientierung von einer Vielzahl an Elementen bestimmt werden. Für die zuvor beschriebene automatische Auswertung der Laue Muster ist es allerdings notwendig, dem System eine Datei vorzugeben, die die Kristallstrukturdaten des zu untersuchenden Elementes enthält.

Aufgrund der röntgenographischen Kornorientierungsbestimmung und der damit verbundenen Eindringtiefe der Röntgenstrahlung von ungefähr 50  $\mu\text{m}$  kann die Kornorientierung von allen Siliziumproben unabhängig von ihrer Oberflächenqualität bestimmt werden. Ziel der Arbeit war die Messung der Kornorientierung eines 156 x 156  $\text{mm}^2$  mc-Siliziumwafers. Bei einem Strahldurchmesser von 0,5 mm wären dies fast  $10^5$  Messpunkte und die Messung würde demnach ~270 h dauern. Durch eine geschickte Kombination des Korndetektors mit dem Laue Scanner wird die Messzeit pro Wafer auf etwa 5 h verkürzt. Dafür wurde mit Hilfe der detektierten Kornstruktur für jedes Korn der Punkt bestimmt, der am weitesten von allen umgebenden Korngrenzen entfernt ist [108]. Somit wird der Wafer im Laue Scanner nicht mehr vollständig abgerastert, sondern die Laue Muster werden nur noch an den vom Korndetektor vorselektierten Punkten bestimmt. Neben dieser Reduzierung der Messpunkte auf die Kornanzahl wurden zusätzlich noch die kleinsten Körner ( $< 3 \text{ mm}^2$ ) gelöscht, da der Röntgenstrahldurchmesser bei kleineren Körnern vermehrt mehrere Körner bestrahlt und die Laue Muster nicht korrekt ausgewertet werden können. Als Ergebnis erhält man somit neben den geometrischen Parametern jedes Kornes  $> 3 \text{ mm}^2$  auch deren kristallographische Orientierung und bei der Messung benachbarter Körner den Charakter der dazwischenliegenden Korngrenze. In Abbildung 18 ist das Ergebnis der Kornorientierungs- und Korngrenztypdetektion als Orientierungskarte in Wachstumsrichtung und Korngrenztypkarte abgebildet. Für die Darstellung der Orientierungskarte wurden die Kornorientierungen auf eine inverse Polfigur IPF projiziert und der Farbwert aus der Falschfarbendarstellung der IPF (Abbildung 18, oben links) abgelesen und die jeweiligen Körner eingefärbt. Die schwarzen Körner in der Orientierungskarte stellen entweder Körner kleiner als  $3 \text{ mm}^2$  dar oder Körner deren Laue-Muster nicht ausgewertet werden konnten. In der Korngrenztypkarte werden nur die wichtigsten Korngrenztypen farblich dargestellt. Dies sind  $\Sigma 3$ -Korngrenzen (rot),  $\Sigma 5$ -Korngrenzen (orange),  $\Sigma 9$ -Korngrenzen (gelb),  $\Sigma 27$ -Korngrenzen (grün), alle anderen  $\Sigma$ -Korngrenzen (blau) und die random-Korngrenzen (lila). In der Korngrenztypkarte repräsentieren die weißen Korngrenzen diejenigen, deren Korngrenztyp nicht ermittelt werden konnte.



**Abbildung 18:** Beispielhafte Darstellung einer Orientierungskarte in Wachstumsrichtung (links unten) eines mc-Siliziumwafers nach den Falschfarben der inversen Polfigur (links oben). Die schwarzen Körner repräsentieren nicht gemessene oder nicht auswertbare Körner. Für die Darstellung der Korngrenztypen wurden nur die wichtigsten Korngrenztypen separat farblich dargestellt. Dies sind  $\Sigma 3$ -Korngrenze (rot),  $\Sigma 5$ -Korngrenze (orange),  $\Sigma 9$ -Korngrenze (gelb),  $\Sigma 27$ -Korngrenze (grün), alle anderen  $\Sigma$ -Korngrenze (blau) und die random-Korngrenze (lila). Von den weißen Korngrenzen konnte kein Korngrenztyp berechnet werden.

### 3.2.3 Definition der Kenngrößen

Für die statistische Auswertung der Kornorientierung und der Korngrenztypen werden vier Kenngrößen eingeführt. Der Kornorientierungsflächenanteil  $A_{KO\%}$  ist der Quotient aus der Summe der Kornflächen einer bestimmten Orientierung und der Summe aller Laue vermessenen Kornflächen (Formel 14).

$$A_{KO\%} = \frac{\sum_{n=1}^{N_{\{hkl\}}} A_{\{hkl\}}(n)}{\sum_{n=1}^{N_{\text{Laue}}} A_{\text{Laue}}(n)} \cdot 100\% \quad (14)$$

$N_{\{hkl\}}$  beschreibt die Kornanzahl einer bestimmten Orientierung  $\{hkl\}$ ,  $A_{\{hkl\}}$  die Kornfläche eines Kornes der Orientierung  $\{hkl\}$ ,  $N_{Laue}$  die Kornanzahl aller Laue vermessenen Körner und  $A_{Laue}$  die Kornfläche eines Laue vermessenen Kornes. Neben der flächenmäßigen Betrachtung der Kornorientierungen wird auch der Kornorientierungsmengenanteil  $N_{KO\%}$  quantifiziert. Dieser ist der Quotient aus  $N_{\{hkl\}}$  und  $N_{Laue}$  (Formel 15).

$$N_{KO\%} = \frac{N_{\{hkl\}}}{N_{Laue}} \cdot 100\% \quad (15)$$

Die Auswertung der Korngrenztypen erfolgt nach ihrem Korngrenztyplängenanteil  $S_{KGT\%}$  und Korngrenztypmengenanteil  $N_{KGT\%}$ .  $S_{KGT\%}$  ist der Quotient aus der Summe der Korngrenzlängen eines betrachteten Korngrenztyps und der Gesamtkorngrenzlänge, denen ein Korngrenztyp zugeordnet werden konnte (Formel 16).

$$S_{KGT\%} = \frac{\sum_{n=1}^{N_{KGT}} S_{KGT(n)}}{\sum_{n=1}^{N_{KGT\_Gesamt}} S(n)} \cdot 100\% \quad (16)$$

$N_{KGT}$  beschreibt die Anzahl eines bestimmten Korngrenztyps,  $S_{KGT}$  die Korngrenzlänge einer Korngrenze vom betrachteten Korngrenztyp KGT,  $N_{KGT\_Gesamt}$  die Gesamtanzahl aller berechneten Korngrenztypen und  $S$  die Korngrenzlänge einer Korngrenze.  $N_{KGT\%}$  ist letztendlich der Quotient aus  $N_{KGT}$  und  $N_{KGT\_Gesamt}$ .

$$N_{KGT\%} = \frac{N_{KGT}}{N_{KGT\_Gesamt}} \cdot 100\% \quad (17)$$

Aufgrund der Tatsache, dass nur Körner  $> 3 \text{ mm}^2$  gemessen wurden und sich die Kornstrukturen teilweise deutlich im gemessenen Korn- und Flächenanteil unterscheiden können (Abbildung 13), beziehen sich  $A_{KO\%}$ ,  $N_{KO\%}$ ,  $S_{KGT\%}$  und  $N_{KGT\%}$  auf die Körner, deren Kornorientierung beziehungsweise Korngrenztyp ermittelt werden konnte. Dies ermöglicht den direkten Vergleich aller gemessener Wafer untereinander. Eine Betrachtung des dadurch verursachten statistischen Fehlers wird in Abschnitt 3.2.4 durchgeführt.

Für eine bessere Interpretation der Orientierungsergebnisse ist es sinnvoll, kristallographisch ähnliche Orientierungen zusammenzufassen. In der aktuellen Literatur [29, 30] werden oft nur die Hauptebenen  $\{100\}$ ,  $\{101\}$ ,  $\{111\}$ ,  $\{112\}$ ,  $\{113\}$ ,  $\{115\}$ ,  $\{313\}$  und  $\{315\}$  des Siliziums

angegeben und die Ergebnisse in Form von Punkt- beziehungsweise Balkendiagrammen visualisiert. Dies bedeutet aber, dass jede gemessene Kornorientierung einer dieser Hauptebenen zugeordnet wird und sich somit zwangsläufig große kristallographische Abweichungen zur exakten Orientierung ergeben können. Die Abweichung lässt sich in einem Winkel ausdrücken, der definiert ist als der Winkel zwischen der vereinfachten Hauptebene und dem  $(a_{13}a_{23}a_{33})$ -Vektor der Orientierungsmatrix, sprich der exakten kristallographischen Kornorientierung in Wachstumsrichtung. Tabelle 6 zeigt den Einfluss der Orientierungsvereinfachung auf die mittlere kristallographische Abweichung zur exakten Orientierung und den daraus resultierenden Einfluss auf die Interpretation der Orientierungsverteilung. Dabei wurde für die Quantifizierung der Orientierungsverteilung der Variationskoeffizient  $CV_{KO}$  verwendet (Formel 18). Dieser ist der Quotient aus der Standardabweichung aller Kornorientierungsflächenanteile  $SD_{AKO\%}$  und des Mittelwertes aller Kornorientierungsflächenanteile  $\bar{A}_{KG}$ .

$$CV_{KO} = \frac{SD_{AKO\%}}{\bar{A}_{KO\%}} \quad (18)$$

**Tabelle 6:** Einfluss der kristallographischen Orientierungsvereinfachung auf die mittlere und maximale Abweichung zur exakten Orientierung und auf die Orientierungsverteilung.

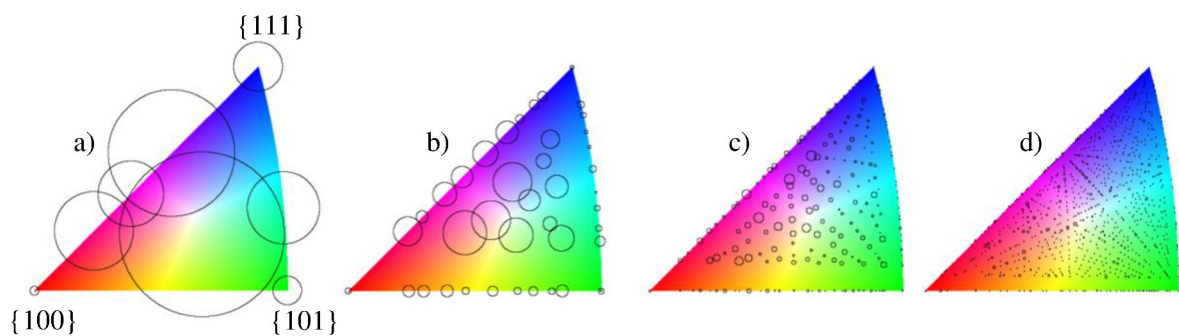
Vereinfachung	mittlere/maximale kristallographische Abweichung [°]	$CV_{KO}$
Hauptebenen	6/14	15±3
{hkl}; $-5 \leq h,k,l \leq 5$	3/8	7±1,4
{hkl}; $-10 \leq h,k,l \leq 10$	1/3	3±0,6
{hkl}; $-20 \leq h,k,l \leq 20$	0/2	1±0,2

Es ist deutlich zu erkennen, dass eine starke Vereinfachung der exakten Orientierungen auf die {100}, {101}, {111}, {112}, {113}, {115}, {313} und {315}-Hauptebenen einen sehr hohen  $CV_{KO}$  von 15, der theoretisch auf eine inhomogene Orientierungsverteilung hindeutet, sowie eine sehr hohe maximale kristallographische Abweichung um 14° von der exakten Orientierung aufweist. Werden nun jedoch bei demselben Wafer die Orientierungen zu höheren hkl-Werten indiziert, nimmt die kristallographische Abweichung zur exakten Orientierung zunehmend ab und die Orientierungsverteilung wird deutlich homogener.



Eine gute Möglichkeit der Visualisierung der Kornorientierungsmessung, welche die Orientierungsverteilung sehr gut abbildet, besteht in der Nutzung der Inversen Polfigur IPF. Bei kubischen Kristallsystemen wie dem Silizium, wird die IPF in Form eines Dreiecks durch die drei Hauptebenen  $\{100\}$ ,  $\{101\}$  und  $\{111\}$  aufgespannt. Auf die IPF können nun alle Orientierungen projiziert werden. Für die Projektion wurden in dieser Arbeit Kreise verwendet, deren Zentrum die jeweilige Orientierung repräsentiert und deren Durchmesser proportional zum Kornorientierungsflächenanteil oder Kornorientierungsmengenanteil der jeweiligen Orientierung ist.

In Abbildung 19 erfolgte die Darstellung der Ergebnisse aus Tabelle 6, wobei in diesem Fall der Kornorientierungsflächenanteil der Orientierungen auf die IPF projiziert wurde. Darin ist ebenfalls sehr deutlich zu erkennen, dass eine zu starke Vereinfachung der Orientierungen keinerlei Aussage über deren Verteilung zulässt. Bei der Vereinfachung der exakten Orientierung auf die  $\{100\}$ ,  $\{101\}$ ,  $\{111\}$ ,  $\{112\}$ ,  $\{113\}$ ,  $\{115\}$ ,  $\{313\}$  und  $\{315\}$ -Hauptebenen existieren im Endeffekt nur noch 8 mögliche Orientierungen. Dabei besitzt die  $\{315\}$  Orientierung, der größte Kreis in Abbildung 19 a), einen Kornorientierungsflächenanteil  $A_{KO\%}$  von 27,6%. Im Mittel besitzen alle Hauptebenen einen  $A_{KO\%}$ -Wert von 12,5%. Mit sinkender Vereinfachung der exakten Orientierungen steigt die Anzahl der möglichen Orientierungen bis auf 1201 an (Abbildung 19 d)). In diesem Fall besitzen die  $\{315\}$ -Orientierungen nur noch einen  $A_{KO\%}$ -Wert von 0,086%, während alle Orientierungen im Mittel einen  $A_{KO\%}$ -Wert von 0,083% besitzen.



**Abbildung 19:** IPF der vereinfachten Orientierungen eines mc-Siliziumwafers in Kristallwachstumsrichtung: a) Hauptebenen, b) hkl bis 5 indiziert, c) hkl bis 10 indiziert und d) hkl bis 20 indiziert. Der Kreismittelpunkt entspricht der jeweiligen Orientierung  $\{hkl\}$  und der Kreisdurchmesser ist proportional zum Kornorientierungsflächenanteil.

Für eine möglichst genaue Betrachtung der Orientierungsverteilung der untersuchten mc-Siliziumwafer wurden in der folgenden Arbeit die  $\{hkl\}$ -Werte der kristallographischen Orientierung bis zu 20 indiziert.

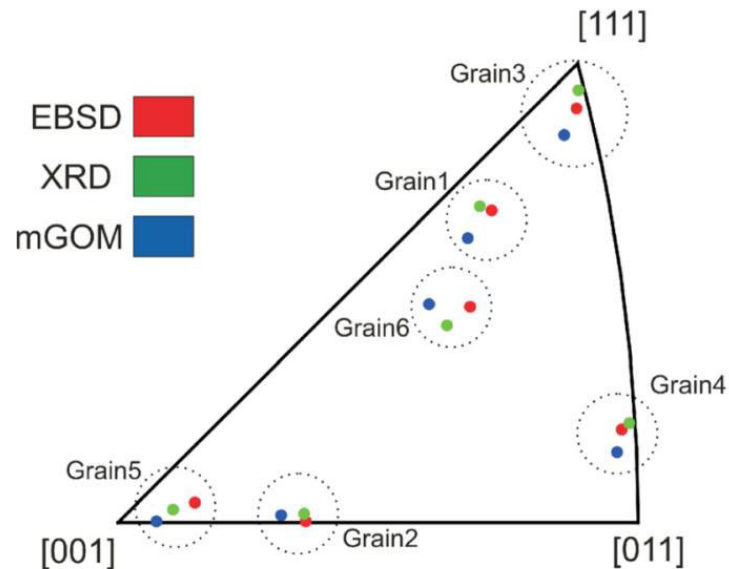
#### 3.2.4 Fehlerbetrachtung

Für die Minimierung des systematischen Fehlers wird der Laue Scanner in regelmäßigen Abständen justiert und kalibriert. Dazu gehören die richtige Ausrichtung des Röntgenstrahls in lateraler Richtung im Bezug zum Flächendetektor sowie die Einstellung des richtigen Probenabstandes (Kalibrierung Abstandslaser) vom Röntgenstrahl. Beides wird durch die mehrmalige Messung einer einkristallinen  $\{100\}$ -orientierten Siliziumprobe, die vor der Messung jeweils um  $90^\circ$  gedreht wird, und den sich daraus ergebenden Laue Muster (Abbildung 16) kalibriert. Dabei wird die Position des  $\{001\}$ -Spots auf dem Flächendetektor als neue Referenzposition gespeichert. Ausgehend von der hinterlegten Referenzposition des  $\{001\}$ -Reflexes auf dem Flächendetektor können die systematischen Fehler auf ein Minimum reduziert werden.

Der zufällige Fehler der Orientierungsmessung wurde durch eine zehnmalige Wiederholungsmessung von 14 unterschiedlich orientierten Körnern einer mc-Siliziumprobe bestimmt, indem für jede Messung der Winkel zwischen vereinfachter und exakter Orientierung berechnet wurde. Es ergab sich dafür eine maximale Abweichung zwischen den Wiederholungsmessungen von  $0,03^\circ$ .

Für die Bestimmung der Genauigkeit des verwendeten Messgerätes wurden die Ergebnisse des Laue Scanners mit der kommerziellen EBSD-Methode sowie dem mGOM-Verfahren verglichen [33]. Anhand von Abbildung 20 ist deutlich zu erkennen, dass die Messpunkte des Laue Scanners (XRD) sehr nah an den EBSD und dem mGOM Ergebnissen liegen.

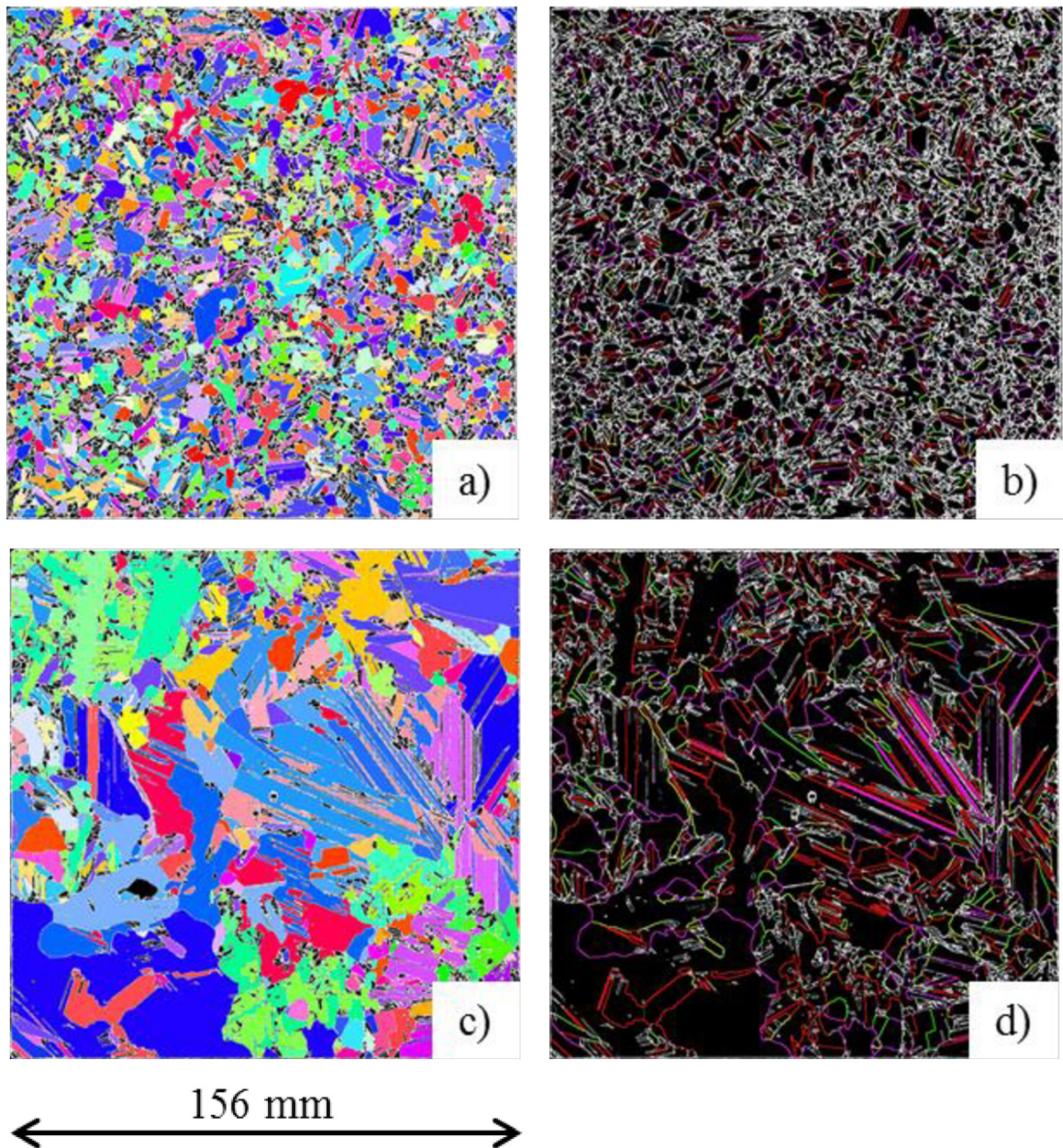




**Abbildung 20:** Vergleich der Genauigkeit des Laue-Scanners mit dem EBSD- und mGOM- Verfahren [33].

Der systematische wie auch der zufällige Fehler wurden in der weiteren Arbeit nicht berücksichtigt, da die daraus resultierenden Fehler kleiner  $0,03^\circ$  sind und somit deutlich unterhalb des Fehlers von maximal  $2^\circ$  liegen, der durch die Vereinfachung der Orientierungen auf die  $\{hkl\}$ -Werte bis  $\pm 20$  resultiert. Zusätzlich zeigt der Vergleich zwischen den unterschiedlichen Messverfahren aus Abbildung 20, dass die ermittelten kristallographischen Orientierungen ebenfalls leicht voneinander abweichen und somit eine Abweichung von  $0,03^\circ$  durchaus zu vernachlässigen ist.

Im Folgenden werden die Fehler betrachtet, die aufgrund der unterschiedlichen Kornstrukturen der vermessenen mc-Siliziumproben entstehen. Durch das für die Orientierungsmessung verwendete Korngrößenkriterium von  $>3 \text{ mm}^2$  liegt der gemessene Flächenanteil der Proben zwischen 67 % und 91 %, sowie der gemessene Korngrenztyplängenanteil zwischen 17 % und 42 %. Die Orientierungskarten und Korngrenztypkarten der beiden Extreme sind exemplarisch in folgender Abbildung dargestellt.



**Abbildung 21:** Orientierungs- und Korngrenztypkarte zweier Wafer mit unterschiedlichen  $CV_{KG}$  von 2,5 für Wafer A und 7,0 für Wafer B. Bei Wafer A konnten nur die Orientierungen von 67 % der Gesamtfläche (a) und bei Wafer B von 91 % der Gesamtfläche (c) bestimmt werden. Dies führt wiederum dazu, dass bei Wafer A nur für 17 % der gesamten Korngrenzlänge (b) der Korngrenztyp bestimmt werden konnte, während es bei Wafer B 42 % waren.

Für eine Abschätzung des Einflusses einer solchen Schwankung wurden zwei Wafer mit unterschiedlichen Kornstrukturen vermessen. Bei der anschließenden Auswertung wurde der berücksichtigte Kornanteil durch das Entfernen der jeweils kleinsten Körner systematisch gesenkt, sodass der betrachtete Flächenanteil eines feinkörnigen Wafers X von 85 % auf 65 % und der eines grobkörnigen Wafers Y von 91 % auf 75 % sowie der Korngrenzlängenanteil des feinkörnigen Wafers X von 33 % auf 14 % und der des grobkörnigen Wafers Y von 42 %

auf 16 % abgesenkt werden konnte. Anhand der Ergebnisse (Tabelle 7) ergibt sich eine relative Schwankung der Orientierungsverteilung von maximal 16 % und eine absolute Schwankung der Korngrenztypverteilung von maximal 4 % unabhängig von der Kornstruktur des untersuchten Wafers. Die 4 prozentige Schwankung der Korngrenztypverteilung gilt nicht nur für den in Tabelle 7 gezeigten Korngrenztyplängenanteil  $S_{KGT\%}$ , sondern ebenfalls für den Korngrenztypmengenanteil. Im Rahmen der Arbeit wurde für den Variationskoeffizienten der Orientierungsverteilung ein relativer Fehler von 20 % und für die Korngrenztypverteilung ein absoluter Fehler von 5 % angenommen.

**Tabelle 7:** Einfluss unterschiedlicher Korngrenztyplängen- ( $S_{KGT\%}$ ) und Orientierungsflächenanteile, welche auf die Gesamtkorngrenzlänge beziehungsweise die Gesamtfläche des Wafers bezogen sind, auf die statistische Auswertung der Orientierungs- und Korngrenztypverteilung. Es wurden zwei visuell stark unterschiedliche Kornstrukturen (feinkörniger Wafer X und grobkörniger Wafer Y) betrachtet und durch systematisches Löschen der kleinsten Körner der Längen- beziehungsweise Flächenanteil variiert.

Gemessener				CV <sub>KO</sub>		Random-S <sub>KGT</sub> % [ % ]		Σ3-S <sub>KGT</sub> % [ % ]		Anderer Σ - S <sub>KGT</sub> % [ % ]	
Längen-anteil [ % ]		Flächen-anteil [ % ]									
X	Y	X	Y	X	Y	X	Y	X	Y	X	Y
33	42	85	91	1,3	5,8	63	26	23	52	14	22
25	32	79	87	1,4	6,0	64	26	22	52	14	22
18	24	70	82	1,5	6,1	66	23	21	55	13	22
14	16	65	75	1,5	6,5	67	23	20	56	13	21

### 3.3 Detektion der Ätzgrubendichte

Wie bereits in Abschnitt 2.2.1 beschrieben, sind Versetzungen einer der wesentlichsten Kristalldefekte in mc-Silizium und können sowohl elektrisch aktiv wie auch inaktiv vorliegen. Für eine automatische Auszählung der Versetzungen wurde eine Methode, die bereits aus der Literatur [109] bekannt ist, neu etabliert und hinsichtlich maximal messbarer Probengröße und Messzeit optimiert. Dabei werden einzelne Ätzgruben, die eine Einzelversetzung darstellen [109], unter Nutzung eines Auflichtmikroskops automatisch ausgezählt und die Ätzgrubendichte  $\rho$  bestimmt.

Im Abschnitt 3.3.1 wird zunächst die prinzipielle Funktionsweise der Messmethodik beschrieben und die Routine anhand der bereits in der Literatur etablierten Routine [110] validiert. In Abschnitt 3.3.2 werden die für die Messung notwendigen Kenngrößen definiert und anschließend erfolgt in Abschnitt 3.3.3 eine kurze Fehlerbetrachtung.

### 3.3.1 Aufbau und Funktionsweise

Für die automatische Auszählung der einzelnen Ätzgruben müssen zwei Probenpräparationsschritte erfolgen. Als erstes muss die Oberfläche der Probe frei von Schmutz, Unebenheiten und Kratzern sein. Dafür wurde die Siliziumprobe unter Nutzung einer „Struers Tegramin 30“ mit dem in Tabelle 8 dargestellten Politurrezept poliert. Die fünf Schritte müssen nacheinander mit den jeweils angegebenen Parametern durchlaufen werden. Die Kraft bezeichnet die Kraft mit der die Probe auf das Poliermittel gedrückt wird. Die Rotation Teller/ Halter bezeichnet die Umdrehung mit der das Poliermittel (Teller) und die Probe (Halter) gedreht werden, wobei die Laufrichtung die Drehrichtung von Teller und Halter zueinander angibt. Die Dosierung gibt die Menge und Art der zugegebenen Lösung an, während die Zeit die typische Dauer pro Schritt angibt. Durch die mechanische Bearbeitung der Probe und den dabei verursachten Materialabtrag von ungefähr 400µm müssen die Proben eine gewisse Mindestdicke von 500µm besitzen. Aus diesem Grund können mit dem vorliegenden Rezept keine Standardwafer poliert werden, da deren Dicke nur 170µm beträgt.

**Tabelle 8:** Entwickeltes Politurrezept für mc-Siliziumproben.

Schritt	Poliertuch	Kraft [N]	Rotation Teller/Halter [U/min]	Laufrichtung	Dosierung	Zeit [min]
1	Piano F 220	180	300/ 150	Gleichlauf	Kräftiger Wasserstrahl	1
2	Piano F 1200	180	300/ 150	Gegenlauf	Dünnere Wasserstrahl	1
3	Largo 9µm	150	150/ 150	Gegenlauf	Suspension: 3/ 4	12
4	Floc 3µm	150	150/ 150	Gegenlauf	Suspension: 3/ 13	10
5	Nap 1µm	90	150/ 150	Gleichlauf	Suspension: 3/ 12	10

Im zweiten Schritt werden die Ätzgruben, welche mit Versetzungen korrelierbar sind, auf der polierten Probe durch eine Defektätze erzeugt. Dafür wurde eine isotrope Secco-Ätze [111] genutzt. Die Zusammensetzung der Ätze besteht aus zwei Teilen 49 prozentiger Flusssäure und einem Teil 0,15 molarer Kaliumdichromatlösung. Der Vorteil dieser Ätze ist die Erzeugung einer unabhängig von der Kristallorientierung runden Ätzgrubenform.

Für die anschließende Bildaufnahme wurde das Auflichtmikroskop MX61 von Olympus verwendet. Dieses besitzt einen motorisierten Probenstisch, der Proben bis zu 160x160 mm<sup>2</sup> abmessen kann, und einen Hardwareautofokus, der innerhalb weniger ms das Bild fokussiert. Dieser Aufbau ist je nach Vergrößerung in der Lage etwa 200 Einzelbilder pro Minute aufzunehmen und abzuspeichern. Die für die Bildaufnahme verwendete Vergrößerung hat einen entscheidenden Einfluss auf die Messzeit und auf die minimal detektierbare Ätzgrubendichte. Für eine fehlerfreie Detektion der Ätzgruben sollten diese auf dem späteren Mikroskopbild



mindestens eine Fläche von 3 Pixeln besitzen. Tabelle 9 zeigt eine Übersicht der am Mikroskop vorhandenen Vergrößerungen sowie die für eine Detektion notwendige Ätzgrubengröße.

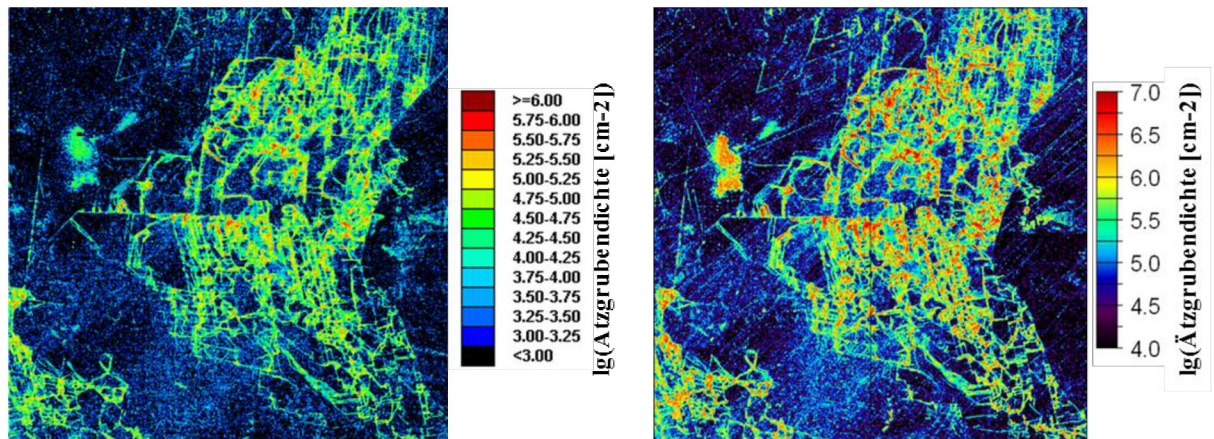
**Tabelle 9:** Am Auflichtmikroskop vorhandene Vergrößerung sowie die jeweilige Detektionsfläche von 3 Pixeln, welche als minimale Detektionsgrenze festgelegt wurde.

Vergrößerung	Fläche von 3 Pixeln [ $\mu\text{m}^2$ ]
2,5x	58,15
10x	3,54
20x	0,89
50x	0,14
100x	0,04

Die Auswertung der Auflichtmikroskopbilder erfolgte durch eine selbstentwickelte Auswerterroutine in ImageJ [112], die automatisiert die Auflichtmikroskopbilder hinsichtlich der Ätzgrubenanzahl analysiert. Die Routine importiert nacheinander jedes aufgenommene Einzelbild und führt folgende Operationen aus:

1. Ausgleich der Helligkeitsgradienten und Detektion aller Ätzgruben mittels Grauschwellwertsetzung, der vorher definiert wird.
2. Klassifizierung der Ätzgruben nach Größe ( $1 - 5 \mu\text{m}^2$ ) und Rundheit ( $> 0,8$ ). Ein perfekter Kreis besitzt eine Rundheit von 1. Aufgrund der verwendeten Secco-Ätze kann davon ausgegangen werden, dass es sich bei den so definierten Ätzgruben ausschließlich um Einzelversetzungen handelt.
3. Für eine möglichst hohe Auflösung der späteren Ätzgrubendichtekarte wird das Einzelbild in eine vorher definierte Anzahl an Quadranten aufgeteilt und innerhalb jedes Quadranten die Anzahl der Ätzgruben gezählt.
4. Die daraus resultierende Ätzgrubendichte pro Quadrant wird anschließend unter Nutzung eines global erzeugten Koordinatensystems als Pixel in die Ätzgrubendichtekarte eingezeichnet.

Das Auflichtmikroskopbild wird am Ende in ein Übersichtsbild kopiert, so dass nach Durchlaufen der gesamten Routine ebenfalls ein hochauflösendes Übersichtsbild der Auflichtbilder vorhanden ist. Die Auflösung der in dieser Arbeit gezeigten Ätzgrubendichtekarte beträgt  $141 \times 105 \mu\text{m}^2$  pro Pixel. Für eine Validierung der hier entwickelten Routine wurde ein und dieselbe Probe mit einer bereits etablierten Ätzgrubendichte-Auszählung der TU Bergakademie Freiberg verglichen. Die resultierenden Ätzgrubendichtekarten beider Routinen sind in Abbildung 22 dargestellt.

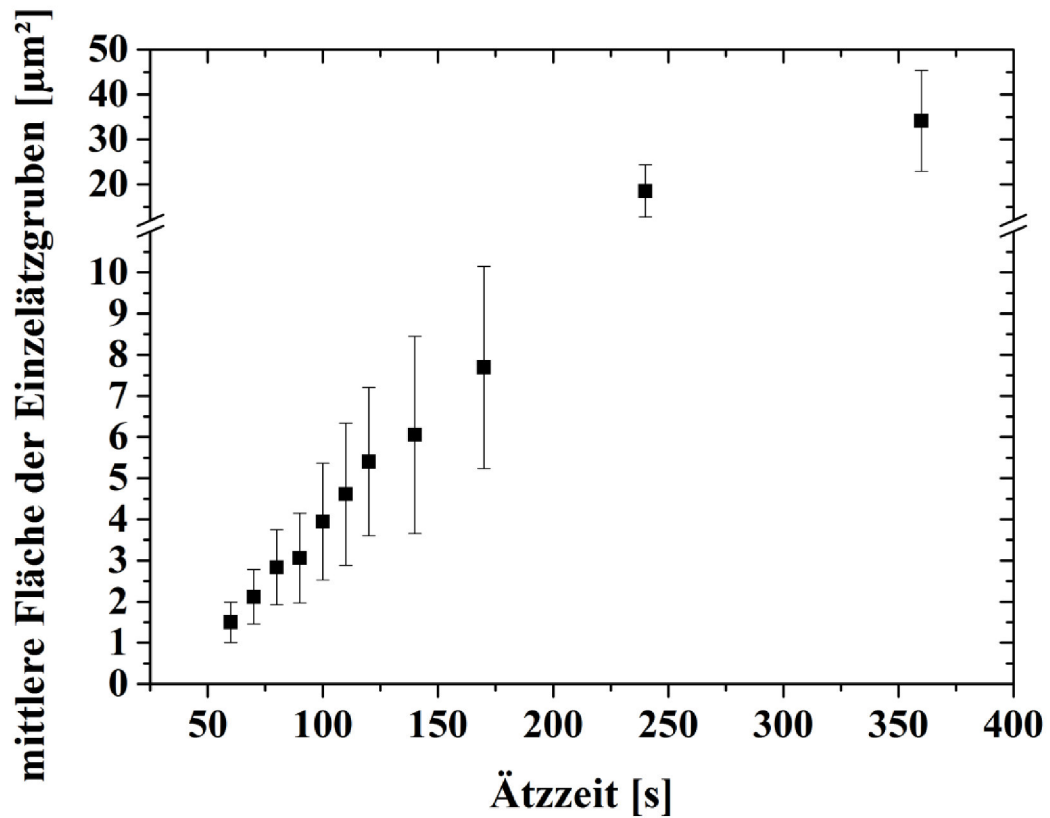


**Abbildung 22:** Vergleich der entwickelten Routine für die Erstellung einer Ätzgrubendichtekarte (links) mit einer bereits etablierten Routine der TU Bergakademie Freiberg (rechts [110]).

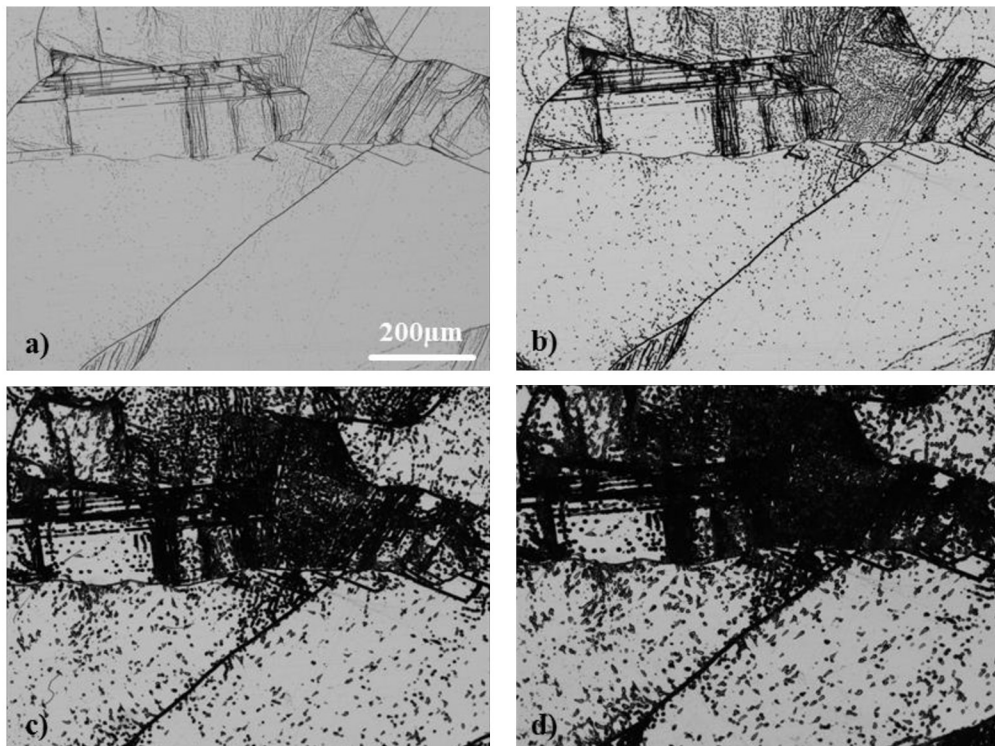
Werden beide Ätzgrubendichtekarten miteinander verglichen, ist eine sehr gute qualitative wie auch quantitative Übereinstimmung zu erkennen. Die Ursache an den leicht veränderten Farbwerten ist mit den unterschiedlichen Skalen begründbar.

#### 3.3.2 Definition der Kenngrößen

Für eine möglichst fehlerfreie Ätzgrubendichtedetektion musste vor Beginn der Arbeiten die Ätzgrubengröße sowie die optimale Vergrößerung des Auflichtmikroskopes für die Bildaufnahme festgelegt werden. Die Größe der Ätzgruben wird durch die Ätzzeit festgelegt und wurde an einer repräsentativen Probe experimentell untersucht. Dafür wurde ein und dieselbe Probe mehrfach geätzt und je Ätzschritt die Fläche von ungefähr 1500 Einzelätzgruben an verschiedenen Probenstellen bestimmt. Anhand des Ergebnisses aus Abbildung 23 ist ein nahezu linearer Zusammenhang zwischen Ätzzeit und entstehender Einzelätzgrubenfläche zu erkennen. Aufgrund der Tatsache, dass in mc-Silizium lokal sehr hohe Ätzgrubendichten auftreten können, kommt es bei einer zu großen Fläche einzelner Ätzgruben zu einer massiven Überlagerung der Ätzgruben (Abbildung 24). Dies erschwert eine exakte Quantifizierung erheblich und sollte somit möglichst verhindert werden. Bei der untersuchten Probe kam es bereits bei einer Ätzzeit von 120 Sekunden (Abbildung 24 b) zu einer starken Überlagerung der Ätzgruben.



**Abbildung 23:** Einfluss der Ätzzeit auf die mittlere Fläche der Einzelätzgruben einer  $\sim 1.5\Omega\text{cm}$  p-typ dotierten mc-Siliziumprobe.



**Abbildung 24:** Einfluss der Ätzzeit: a) = 30s, b) = 2min, c) = 4min und d) = 6min auf die Erzeugung von Ätzgruben.

Anhand der gezeigten Ergebnisse empfehlen sich hinsichtlich der Erkennung von einzelnen Ätzgruben in Kombination mit einer möglichst geringen Messzeit die Nutzung der 20fachen Vergrößerung für die Bildaufnahme sowie eine Ätzzeit von 90s, was einer mittleren Ätzgrubenfläche von ungefähr  $3 \mu\text{m}^2$  entspricht.

#### 3.3.3 Fehlerbetrachtung

Aus der Beschreibung der Messmethodik zur Bestimmung der Ätzgrubendichte wurde bereits verdeutlicht, dass die korrekte Auszählung von vielen Faktoren abhängt. Dazu gehören beispielsweise die Probenpolitur, die Ätzzeit, Vergrößerung am Auflichtmikroskop und die Materialqualität der zu untersuchenden Probe an sich.

Durch die vielen Einflussfaktoren auf eine korrekte Auszählung der Ätzgruben besteht daher die Möglichkeit einer Fehldetektion. Es ist zum Einen möglich, dass sich die Ätzgruben in Ätzgruben reichen Gebieten massiv überlagern und somit nicht ausgezählt werden oder aber zum Anderen vereinzelt runde Ätzgruben gezählt werden, die nicht auf Versetzungen zurückzuführen sind. Durch die verwendete Auflösung von  $141 \times 105 \mu\text{m}^2$  ergibt sich bei einer Fehldetektion von einer Ätzgrube bereits eine Ätzgrubendichte von  $6 \times 10^3$  Ätzgruben/ $\text{cm}^2$ . Um diesen möglichen Fehler nicht zu unterschätzen, wurde der Flächenanteil nur von Gebieten ermittelt, bei denen die Ätzgrubendichte größer  $3 \times 10^5$  Ätzgruben/ $\text{cm}^2$  beträgt. Dies entspricht 45 gezählten Ätzgruben auf einer Fläche von  $141 \times 105 \mu\text{m}^2$  und somit sehr Ätzgruben reichen Regionen.

### 3.4 Detektion des rekombinationsaktiven Flächenanteils

Für eine Messung des rekombinationsaktiven Flächenanteils im Silizium wurde das bildgebende Photolumineszenzverfahren PL genutzt. Dieses kann innerhalb weniger  $\mu\text{s}$  Sekunden die elektrisch aktiven Defekte von unbearbeiteten industriellen mc-Siliziumwafern vollflächig abbilden [113, 114]. Zudem konnte in der Literatur bereits gezeigt werden, dass zwischen dem rekombinationsaktiven Flächenanteil und der späteren Solarzelleneffizienz eine direkte Korrelation besteht [115]. Diese Eigenschaften haben das PL-Verfahren zu einer der wichtigsten Charakterisierungsmethoden für eine schnelle Inline Klassifizierung der mc-Siliziumwafer nach ihrer späteren Zellperformance werden lassen.

Das Messprinzip wird in Abschnitt 3.4.1 näher beschrieben. Anschließend wird eine bildbearbeitende Routine vorgestellt (Abschnitt 3.4.2), die eine Quantifizierung des rekombinati-



onsaktiven Flächenanteils ermöglicht, bevor eine Fehlerbetrachtung (Abschnitt 3.4.3) der Methodik erfolgt.

#### **3.4.1 Aufbau und Funktionsweise**

Für die Messungen wurde der PL-Messplatz der Firma OPTECTIONS verwendet. Die wesentlichen Bestandteile sind der Laser, eine gekühlte Si-CCD Kamera und das Filtersystem. Bei einer Messung wird die Probe auf den motorisierten Probentisch gelegt, der sie in eine Dunkelkammer mittig unter die CCD-Kamera befördert. Anschließend wird die Probe 40 s mit einem 790 nm Laser, der eine Leistung von 175 W hat, bestrahlt. Während dieser Zeit werden die Ladungsträger des Siliziums vom Valenzband in das Leitungsband angehoben und fallen nach der Lebensdauer  $\tau$  wieder zurück ins Valenzband. Für die PL-Messung ist vor allem die Band zu Band Rekombination entscheidend, da die dabei frei werdende Energie als Photolumineszenzstrahlung abgegeben wird und von der in diesem Bereich sensitiven CCD-Kamera detektiert werden kann. Die Filter, welche vor der CCD-Kamera positioniert sind, sollen dabei die reflektierte Laserstrahlung blockieren.

Ein typisches PL-Bild eines mc-Siliziumwafers ist in Abbildung 25 dargestellt und kann wie folgt interpretiert werden. An den hellen Stellen rekombinieren die Ladungsträger im Wesentlichen über den Band-zu-Band-Mechanismus (orange markierter Bereich), während die Ladungsträger an den dunklen Stellen (rot markierter Bereich) überwiegend einen anderen Rekombinationsmechanismus nutzen. Im Falle von industriellem mc-Silizium ist dies in der Regel die Shockley-Read-Hall-Rekombination, welche bereits in den Grundlagen beschrieben sowie im Zusammenhang mit den elektrisch aktiven Versetzungen und Korngrenzen diskutiert wurde. Der dunkle Bereich am unteren und rechten Bildrand (blau markierter Bereich) bildet einen Teil des sogenannten Red-Zone Bereiches ab. Wie in Kapitel 1.2.1 erläutert, kommt es bei der Kristallisation zur Diffusion von metallischen Verunreinigungen aus dem Tiegel in den Kristall. Dadurch ist in diesem Bereich am Kristallrand nahe des Tiegels die Lebensdauer reduziert. Deshalb werden die Säulen der Wafer, die solche Bereiche zeigen, in der folgenden Arbeit als Randsäulen bezeichnet.

Mit Hilfe der verwendeten PL-Methode können demnach nur Kristalldefekte detektiert werden, die eine tiefe Störstelle in der Bandlücke bilden und somit eine starke elektrische Aktivität besitzen.

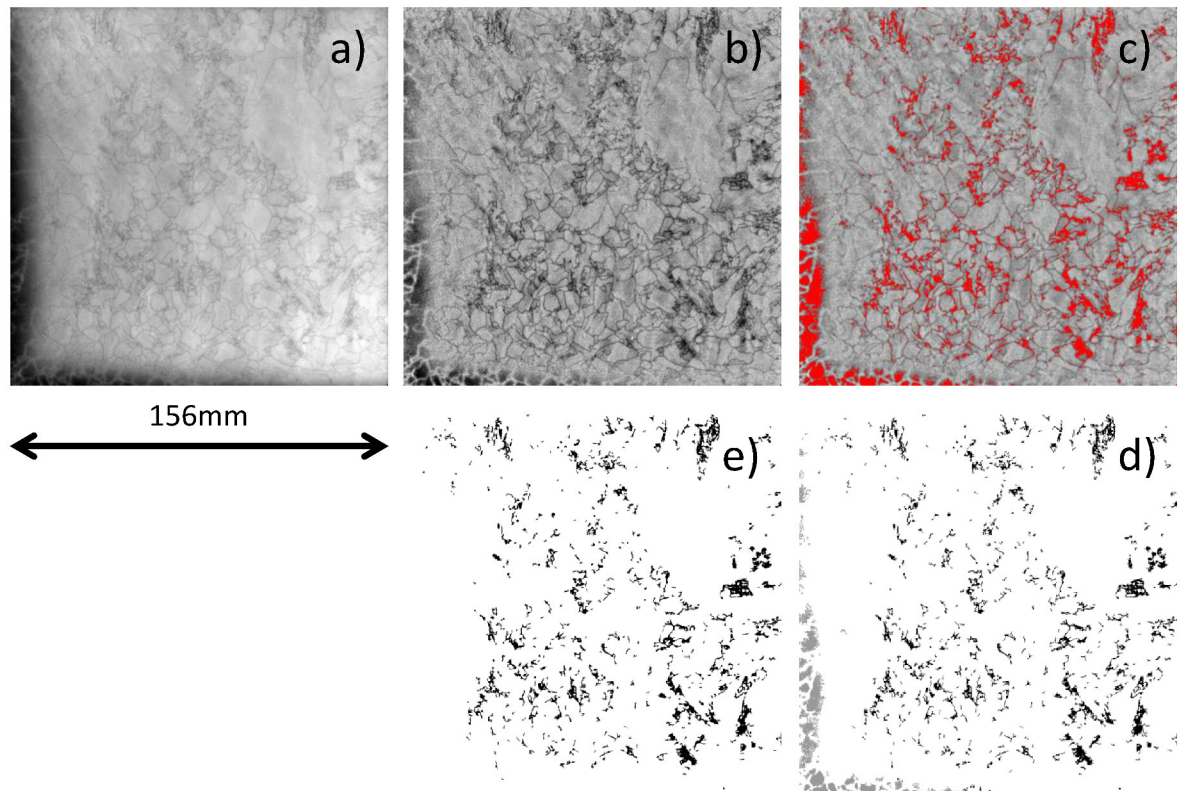


**Abbildung 25:** Charakteristisches PL-Bild eines mc-Siliziumwafers. Die markierten Bereiche stellen markante Stellen dar, die auf einem PL-Bild gefunden werden können. Der blau markierte Schlechtbereich kennzeichnet eine limitierte Lebensdauer, die in Folge der Diffusion von Verunreinigungen vom Tiegel in den Kristallrand entsteht. Der exemplarisch rot markierte dunkle Bereich im Waferzentrum entsteht durch eine vermehrte SRH-Rekombination an Kristalldefekten, während die Rekombination in dem orange markierten hellen Bereich vermehrt über die BB-Rekombination stattfindet und somit die höchsten Lebensdauern aufweist.

#### 3.4.2 Definition der Kenngrößen

Für die Quantifizierung des rekombinationsaktiven Flächenanteils wurde das frei erhältliche Bildbearbeitungsprogramm ImageJ [112, 116] genutzt. Mit Hilfe der integrierten Programmierfunktion wurde ein Makro geschrieben, welches über eine Grauschwellwertsetzung die Anzahl der „dunklen“ Pixel und somit den Anteil der elektrisch aktiven Defekte bestimmt. Dabei sollten vor allem der rekombinationsaktive Flächenanteil der Defekte mit flächenhafter Ausdehnung wie beispielsweise Versetzungscluster detektiert werden.

Anhand von Abbildung 26 werden die dafür notwendigen Schritte näher erläutert. In Abbildung 26 a) ist das unbearbeitete PL-Bild dargestellt. Aufgrund des verwendeten Messplatzes, der die Probe ungleichmäßig beleuchtet, sind auf jedem PL-Bild Helligkeitsgradienten zu erkennen. Diese werden im ersten Bearbeitungsschritt entfernt. Dafür wird unter Nutzung der in ImageJ integrierten Funktion „Subtract Background“ aus dem PL-Bild ein Referenzbild erzeugt, welches nur die im Bild enthaltenen Helligkeitsgradienten abbildet.



**Abbildung 26:** Bildbearbeitungsschritte der Quantifizierung des elektrisch aktiven Defektanteils: a) un bearbeitetes PL-Bild, b) Ausgleich der Helligkeitsgradienten (Shading Korrektur), c) manuelle Grauschwellwertsetzung, d) Maskenbild der detektierten Defekte, wobei die grau eingezeichneten Bereiche (red zone) manuell entfernt werden und e) final detektierten Defekte aus denen der Defektanteil bestimmt wird.

Anschließend wird das PL-Bild mit Hilfe des Plugins „Shading Corrector“ [117] korrigiert. Dabei wird das PL-Bild mit dem Quotient aus Mittelwert des Referenzbildes und Referenzbild selbst multipliziert. Das Ergebnis ist in Abbildung 26 b) dargestellt. Die folgende manuelle Grauschwellwertsetzung (Abbildung 26 c) entscheidet, ab wann ein Pixel als elektrisch aktiver Defekt gezählt wird. Diese manuelle Einstellung ist notwendig, da aufgrund unterschiedlichster Grauwertverläufe aller untersuchter Wafer keine sinnvolle automatisierte Grauschwellwertsetzung gefunden werden konnte. Damit der „Defekt“ in der quantitativen Auswertung berücksichtigt wird, muss er mindestens aus fünfzig zusammenhängenden Pixeln bestehen. Das resultierende Maskenbild der elektrisch aktiven Defekte ist in Abbildung 26 d) dargestellt. Die beschriebenen, notwendigen bildbearbeitenden Schritte sorgen dafür, dass elektrisch aktive Korngrenzen (meist länglichen Defekte) nur teilweise detektiert werden. Aus diesem Grund wurden detektierte Defekte, die eine längliche Form hatten (meistens elektrisch aktive Korngrenzen), durch eine geeignete Klassifizierung automatisch entfernt, so dass nur elektrisch aktive Defekte mit einer flächenhaften Ausdehnung in die Quantifizierung mit ein-

fließen. Die Parameter für die Klassifizierung wurden wie folgt definiert: Die Fläche muss kleiner 1500 Pixel und der ImageJ Parameter „Solidity“ kleiner 0,3 sein. Die „Solidity“ ist der Quotient aus der Fläche des Defektes und der Fläche seiner konvexen Hülle. Wenn es sich zusätzlich wie in Abbildung 26 um eine Randsäule handelt, wurde der Schlechtbereich am Rand (Abbildung 26 d) – grau dargestellt) manuell entfernt. Das Verhältnis von schwarzen Pixeln  $N_{\text{schwarze Pixel}}$  zu allen Pixeln  $N_{\text{Gesamtpixel}}$  (Formel 19) ergibt letztendlich den rekombinationsaktiven Flächenanteil  $A_{\text{PL}\%}$  des Wafers (Abbildung 26 e)), der in diesem Fall 5 % beträgt.

$$A_{\text{PL}\%} = \frac{N_{\text{schwarze Pixel}}}{N_{\text{Gesamtpixel}}} \quad (19)$$

#### 3.4.3 Fehlerbetrachtung

Im vorhergehenden Abschnitt wurde bereits beschrieben, dass aufgrund des Messaufbaus bei jeder Messung ein Helligkeitsgradient auf der Probe existierte. Dieser systematische Fehler wurde durch die bereits beschriebene Shading Korrektur minimiert.

Der zufällige Fehler wird als sehr klein eingeschätzt und deshalb nicht berücksichtigt.

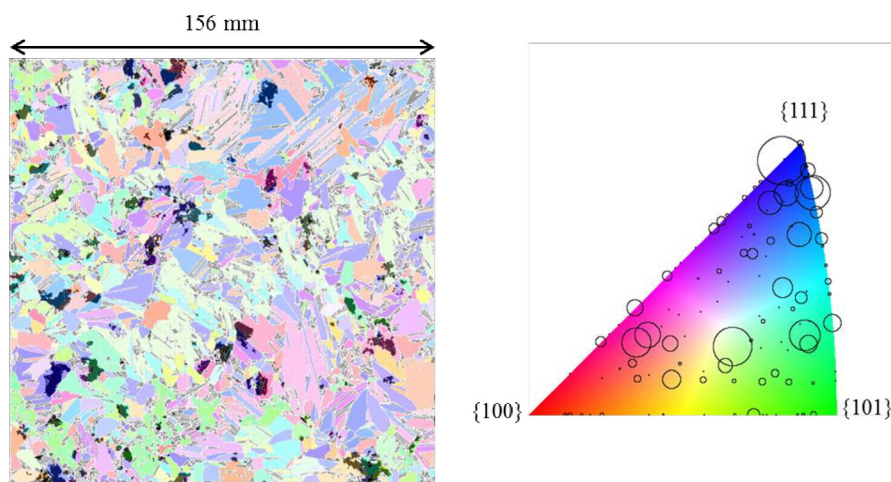
Der größte Fehler der oben beschriebenen Quantifizierung des rekombinationsaktiven Flächenanteils entsteht durch die manuellen Bildbearbeitungsschritte. Um diesen Fehler zu minimieren, wurde die Auswertung immer von derselben Person durchgeführt. Für eine Fehlerabschätzung wurde der rekombinationsaktive Flächenanteil eines defektarmen und defektreichen Wafers mehrfach an verschiedenen Tagen bestimmt. Es ergab sich eine maximale relative Abweichung von 16 %. Um den Fehler jedoch nicht zu unterschätzen, wurde für die Arbeit ein relativer Fehler von 20 % berücksichtigt.

### 3.5 Korrelation der rekombinationsaktiven Kristalldefekte mit der Kornorientierung

Für die Korrelation der elektrisch aktiven Kristalldefekte und der Kornorientierung wurde mit Hilfe von ImageJ [112] ein Makro programmiert, welches zwei Eingangsbilder benötigt: Dies sind die Orientierungskarte des Laue-Scanners und das Maskenbild des PL-Scanners der rekombinationsaktiven Kristalldefekte des untersuchten Wafers. Das Makro legt diese Bilder anschließend imaginär übereinander (Abbildung 27). Bei jedem elektrisch aktiven Pixel (die schwarzen Pixel im Maskenbild) wird der dazugehörige Farbwert der Orientierungskarte aus-



gelesen. Wenn ein solches Pixel innerhalb eines nicht gemessenen Kornes beziehungsweise auf einer Korngrenze liegt, wird diesem keine Orientierung zugewiesen. Am Ende wird der zuweisbare Defektanteil auf 100 normiert und das Ergebnis schließlich in Form der in Abschnitt 3.2.3 eingeführten IPF (Abbildung 27) dargestellt. Der Durchmesser der Kreise ist nun jedoch proportional zum Flächenanteil der rekombinationsaktiven Kristalldefekte  $A_{SRH\%}$ , welche einer Orientierung zugeordnet werden konnten. Im dem dargestellten Fall zeigen insbesondere die Körner nahe der  $\{111\}$  Orientierung einen erhöhten elektrisch aktiven Defektanteil.



**Abbildung 27:** Korrelation der elektrisch aktiven Defekte mit der Kornorientierung und Erzeugung einer IPF, welche die Orientierung der elektrisch aktiven Defekte (Kreismittelpunkt) sowie deren Flächenanteil (Kreisdurchmesser) zeigt.

## 4. Probeninformation

Mit den in Kapitel 3 vorgestellten Verfahren können nun alle relevanten Gefügestrukturparameter quantifiziert werden. Somit können erstmals die Korngrößen- (Korndetektor, Kapitel 3.1), Kornorientierungs- und Korngrenztypverteilung (Laue Scanner, Kapitel 3.2) vollflächiger mc-Siliziumwafer untersucht werden und direkt mit der Ätzgrubendichte (Kapitel 3.3) sowie dem elektrisch aktiven Defektanteil (PL Scanner, Kapitel 3.4) korreliert werden. Im Folgenden werden die in dieser Arbeit untersuchten Proben näher beschrieben.

Es wurden 10 Wafer über die Säulenhöhe von 12 industriell hergestellten mc-Siliziumssäulen unterschiedlicher Hersteller analysiert. Es lagen keinerlei Informationen über die Kristallisationshistorie, über die absolute Position der Säule im Block und über die exakte Position der Wafer innerhalb der Säule vor. Tabelle 10 zeigt eine Übersicht der untersuchten Säulen sowie der verwendeten Charakterisierungsverfahren. Die Nummern stellen die mit dem jeweiligen Verfahren untersuchten Wafer dar, wobei der erste Wafer der bodennahste und der zehnte Wafer der kappennahste Wafer der jeweiligen Säule ist.

An allen Wafern wurde die mittlere Korngröße  $\bar{A}_{KG}$  und die Korngrößenverteilung  $CV_{KG}$  bestimmt. Die Orientierungsmessung und die damit verbundene Messung der Korngrenztypen erfolgte jeweils an den bodennahsten und kappennahsten Wafern. Der rekombinationsaktive Flächenanteil (PL-Messung) wurde neben den boden- und kappennahsten Wafern auch noch an jedem vierten und siebten Wafer durchgeführt.

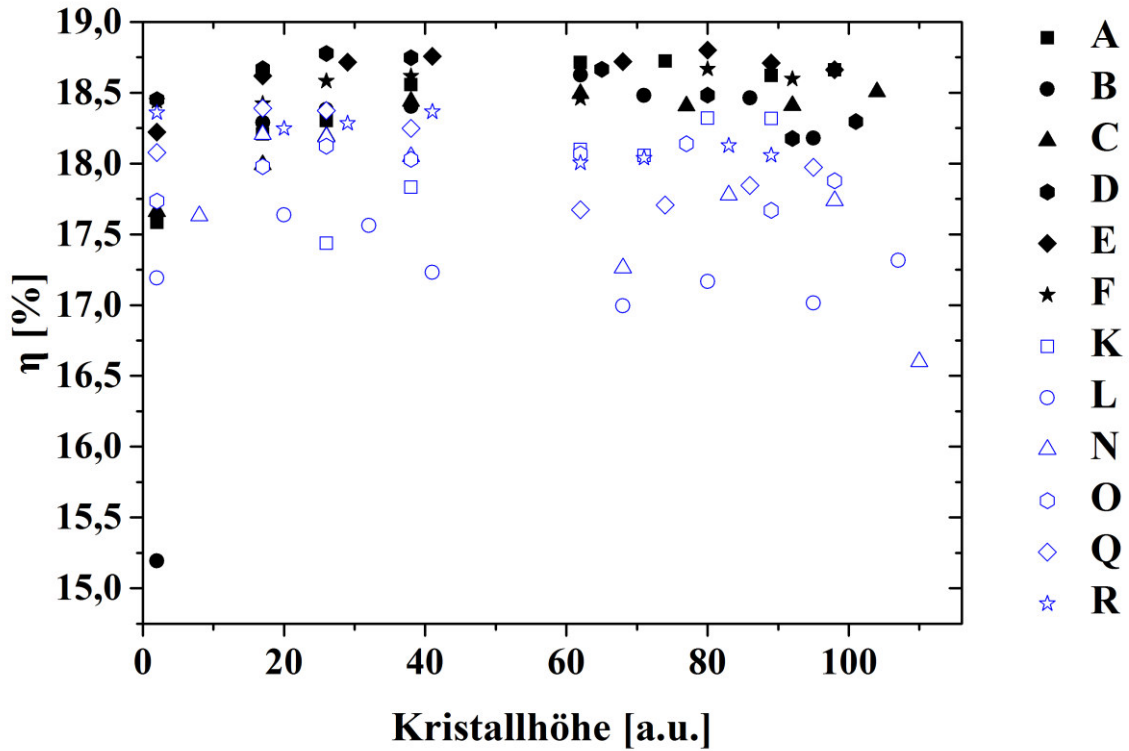
Die Bestimmung der Versetzungsdichte mittels Ätzen konnte nur an dickeren Proben erfolgen. Die industriell gesägten Wafer der Hersteller H1 bis H5 waren mit ihren  $\sim 170\mu\text{m}$  dafür zu dünn. Deshalb wurden zwei weitere Säulen THM\_1 und THM\_2 verwendet, die am Institut gezüchtet wurden. Für die Kristallisationsprozesse von THM\_1 und THM\_2 wurden Rohstoffe sowie Tiegel aus der gleichen Charge verwendet. Es kann daher davon ausgegangen werden, dass der Verunreinigungseintrag für beide Säulen auf einem ähnlichen Niveau liegt. Damit die Säulen THM\_1 und THM\_2 hinsichtlich ihrer Kornstruktur in die industriellen Säulen eingegliedert werden können, wurden aus verschiedenen Höhen (20mm, 40mm, 60mm, 80mm und 100mm) 2mm dicke  $156 \times 156 \text{ mm}^2$  Horizontalscheiben herausgesägt und vollständig charakterisiert. Es sei an dieser Stelle ausdrücklich darauf hingewiesen, dass sich die Säulenhöhe der am THM gezüchteten Säulen ( $\sim 13\text{cm}$ ) signifikant von der Säulenhöhe

industriell gezüchteter Säulen (~30cm) unterscheidet und die Höheninformation bei den Auftragungen über die Säulenhöhe nur abgeschätzt wurden.

**Tabelle 10:** Übersicht der untersuchten mc-Siliziumproben.

Hersteller	Bezeichnung	Korndetektion	Orientierungsdetektion	PL-Messung
H1	N	1. bis 10.	1. und 10.	1.,4.,7. und 10.
H2	B	1. bis 10.	1. und 10.	1.,4.,7. und 10.
	E	1. bis 10.	1. und 10.	1.,4.,7. und 10.
	K	1. bis 10.	1. und 10.	1.,4.,7. und 10.
	O	1. bis 10.	1. und 10.	1.,4.,7. und 10.
	Q	1. bis 10.	1. und 10.	1.,4.,7. und 10.
	R	1. bis 10.	1. und 10.	1.,4.,7. und 10.
H3	L	1. bis 10.	1. und 10.	1.,4.,7. und 10.
H4	F	1. bis 10.	1. und 10.	1.,4.,7. und 10.
H5	A	1. bis 10.	1. und 10.	1.,4.,7. und 10.
	C	1. bis 10.	1. und 10.	1.,4.,7. und 10.
	D	1. bis 10.	1. und 10.	1.,4.,7. und 10.
THM	THM_1	1.,3.,5.,7. und 9.	1. und 7.	3.,5. und 7.
	THM_2	1.,3.,5.,7. und 9.	1. und 7.	3.,5.,7. und 9.

Die industriellen Säulen wurden von der Firma Hanwah Q CELLS bereitgestellt. Nach den durchgeführten Gefügecharakterisierungen wurden sie in einem Los mit dem im November 2014 bei Hanwah aktuellen multi PERC-Prozess zu Solarzellen verarbeitet und die Zelleffizienzen  $\eta$  bestimmt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 28 über die Kristallhöhe für die 12 industriellen Säulen aufgetragen. Dafür wurden hier wie auch in der gesamten Arbeit, die von Hanwah Q CELLS vergebene Wafernummer als Höheninformation verwendet, da die exakten Säulenhöhen der einzelnen Wafern nicht bekannt waren.



**Abbildung 28:** Solarzellen Wirkungsgrade der 12 untersuchten industriellen mc-Siliziumssäulen. Für die Höheninformation innerhalb der Säule wurden die von Hanwah Q CELLS vergebenen Wafernummern genutzt.

Aufgrund der unbekannten Kristallisationshistorie und unbekannten Position der Wafer innerhalb der Säule ist eine exakte Interpretation der Ergebnisse bei unterschiedlichen Höhen nicht möglich. Bei der Betrachtung der maximalen Wirkungsgrade der untersuchten Säulen (Tabelle 11) ist zu erkennen, dass eine Reihe von Säulen wie A, D, E und F sehr vergleichbare hohe Wirkungsgrade von 18,7-18,8% besitzen und teilweise deutlich über den anderen Säulen liegen. In dem Grundlagenteil wurde bereits ausführlich darüber berichtet, dass vor allem Verunreinigungen in Kombination mit Kristalldefekten die Solarzelleneffizienz bestimmen. Innerhalb der Arbeit wird gezeigt, welchen Einfluss die Kornstruktur der Säulen auf die Entstehung sowie Ausbreitung von Kristalldefekten im mc-Silizium hat und wie diese somit die Solarzelleneffizienz beeinflusst.



**Tabelle 11:** Die maximalen Wirkungsgrade der industriell untersuchten Säulen. Alle Wafer wurden in einem Los mit dem multi-PERC Prozess (November 2014) der Firma Hanwah Q CELLS zu Solarzellen verarbeitet.

Bezeichnung	H1	H2	H3	H4	H5	THM
$\eta$ [%]						
A					18,7	
B		18,6				
C					18,5	
D					18,8	
E		18,8				
F				18,7		
K		18,3				
L			17,6			
N	18,2					
O		18,1				
Q		18,4				
R		18,4				
THM_1						nicht prozessiert
THM_2						nicht prozessiert

## 5. Ergebnisteil

Im folgenden Abschnitt werden zunächst die Ergebnisse der Korndetektion, der Kornorientierungs- und Korngrenztypbestimmung, der Ermittlung der Ätzgrubendichte und der Quantifizierung des elektrisch aktiven Defektanteils dargestellt. Um den Einfluss der Kornstruktur auf die elektrisch aktiven Kristalldefekte genauer zu untersuchen, erfolgt in Abschnitt 5.6 eine Korrelation des rekombinationsaktiven Flächenanteils mit der mittleren Korngröße, der Kornorientierung, den Korngrenztypen und der Versetzungsdichte.

### 5.1 Korngrößenverteilung

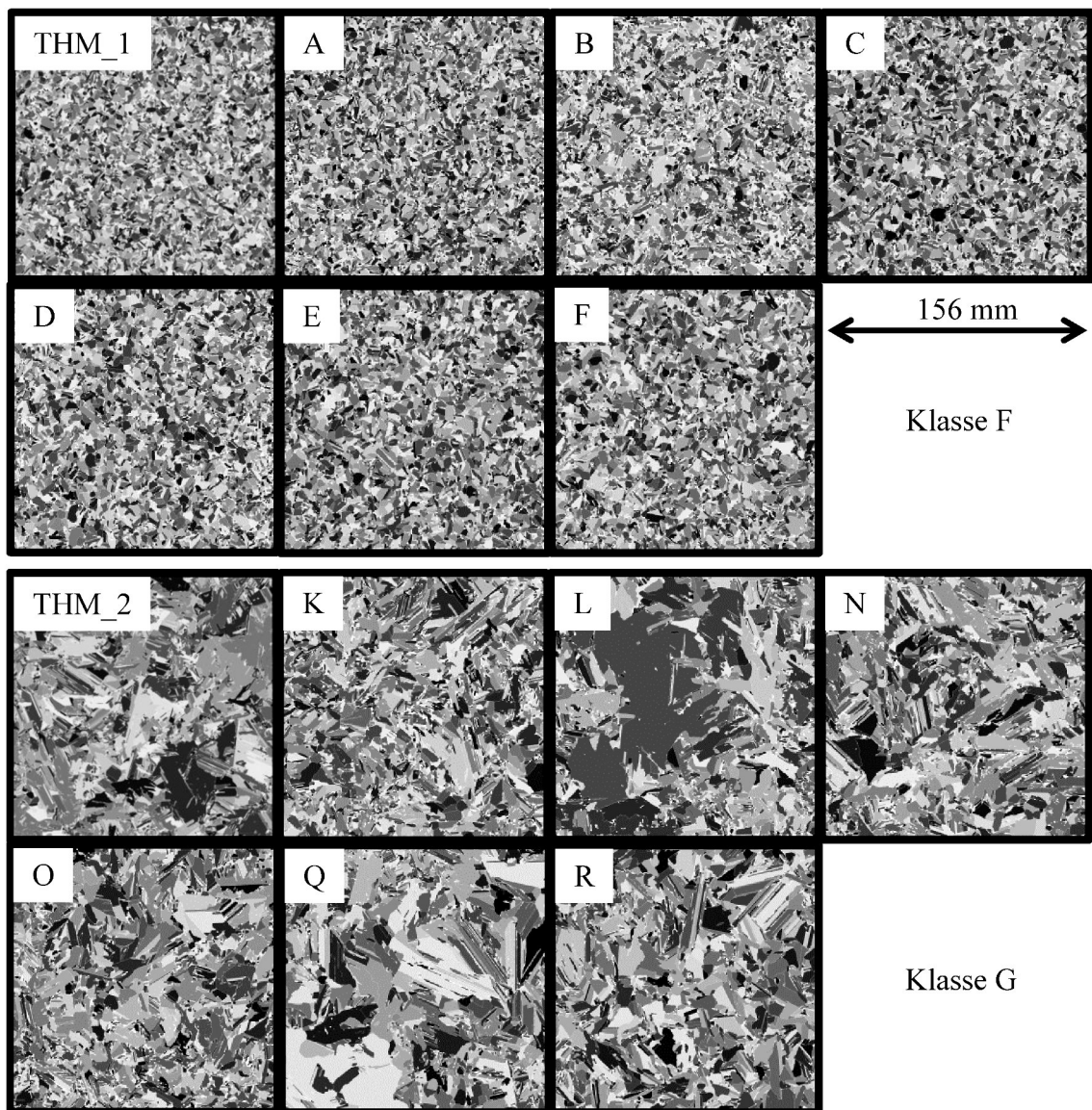
In diesem Abschnitt werden zu Beginn die untersuchten Proben anhand ihrer bodennahsten Korngrößenverteilung klassifiziert und in zwei Gruppen eingeteilt. Anschließend erfolgt eine Betrachtung der Entwicklung der mittleren Korngröße  $\bar{A}_{KG}$  und des Variationskoeffizienten  $CV_{KG}$  über die Säulenhöhe innerhalb jeder Klasse.

#### 5.1.1 Säulenklassifizierung

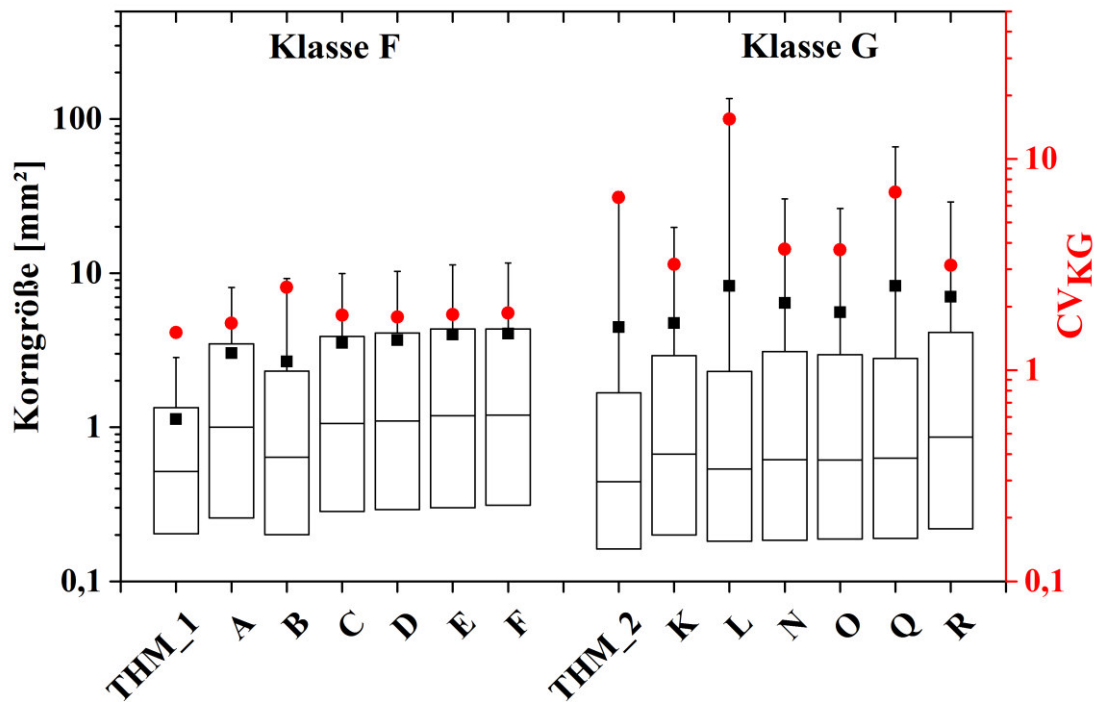
Zu Beginn der Arbeit wurde die Kornverteilung der bodennahsten Wafer aufgenommen. Bereits bei der Betrachtung der generierten Kornstrukturbilder (Abbildung 29) sind deutliche Ähnlichkeiten und Unterschiede zwischen den Säulen zu erkennen. Während die Säulen THM\_1, A, B, C, D, E und F eine sehr homogene feinkörnige Kornverteilung aufweisen, wirkt die Kornverteilung der Säulen THM\_2, K, L, N, O, Q und R durch das Vorhandensein einzelner großer Körner inhomogen. Dieser visuelle Eindruck findet sich auch bei der statistischen Auswertung der einzelnen Kornflächen aller Körner eines Wafers in Abbildung 30 wieder. Die Säulen THM\_1, A, B, C, D, E und F zeigen mit einem  $\bar{A}_{KG}$  von kleiner  $4 \text{ mm}^2$  und einem  $CV_{KG}$  von kleiner 2,5 ein einheitlich feinkörniges Gefüge im Vergleich zu den restlichen Säulen. Diese einheitlichere Verteilung ist ebenfalls durch die geringere Standardabweichung, einem  $\bar{A}_{KG}$ , der mit Ausnahme von Säule B innerhalb der Box liegt, sowie einem  $CV_{KG}$  kleiner 2,5 (Werte in der Box) zu erkennen. Anhand dieser Ergebnisse wurden alle Säulen in 2 Klassen eingeteilt:

- **Klasse F (F...feinkörnig)** für die Säulen THM\_1, A, B, C, D, E und F, die eine einheitlich feinkörnige Kornverteilung ( $\bar{A}_{KG} \leq 4 \text{ mm}^2$  und  $CV_{KG} \leq 2,5$ ) zeigen.
- **Klasse G (G...grobkörnig)** für die Säulen THM\_2, K, L, N, O, Q und R die eine uneinheitliche grobkörnige Kornverteilung ( $\bar{A}_{KG} > 4 \text{ mm}^2$  und  $CV_{KG} > 2,5$ ) zeigen.

Die zwei nicht industriell hergestellten Säulen THM\_1 und THM\_2 lassen sich ebenfalls sehr gut in diese 2 Klassen einordnen. Die Einordnung von Säule B war nicht eindeutig, da sie bezüglich des  $CV_{KG}$  zwischen den anderen Klasse F Säulen und den Klasse G Säulen lag. Aufgrund des geringen  $\bar{A}_{KG}$  von  $2,7 \text{ mm}^2$  aller industriellen Säulen wurde sie letztendlich Klasse F zugeordnet.



**Abbildung 29:** Kornstrukturbilder der bodennahsten Wafer aller untersuchten mc-Siliziumsäulen.

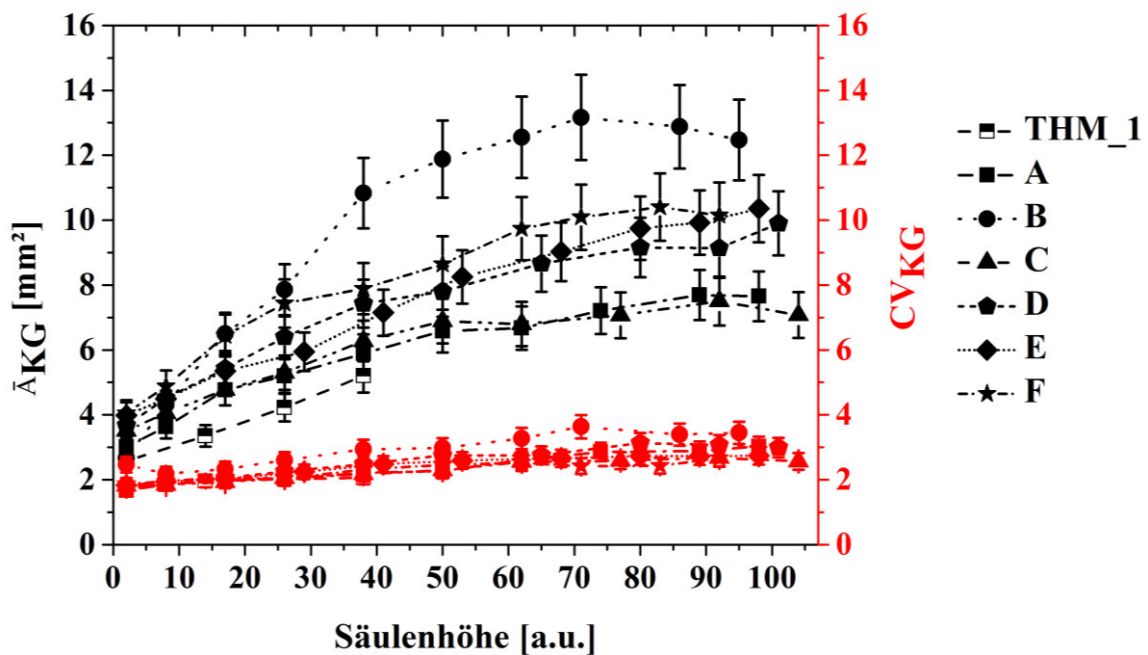


**Abbildung 30:** Korngrößenverteilung der bodennahsten Wafer aller Säulen. Der Zahlenwert innerhalb der Box repräsentiert den Variationskoeffizienten  $CV_{KG}$  der jeweiligen Korngrößenverteilung.

### 5.1.2 Klasse F Säulen

Für die Darstellung der Kornentwicklung wurde in Abbildung 31 die mittlere Korngröße  $\bar{A}_{KG}$  sowie der Variationskoeffizient  $CV_{KG}$  über die Höhe dargestellt. Bei der Säulenhöhe 2 zeigen alle Wafer einen  $\bar{A}_{KG}$  kleiner 4 mm² und einen  $CV_{KG}$  kleiner 2,6. Die Streuung des  $\bar{A}_{KG}$  beträgt 1,4 mm² und der  $CV_{KG}$  unterscheidet sich um maximal 0,8. Wenn die Säule B, die sich ja in ihrer bodennahen Korngrößenverteilung deutlich von den anderen Klasse F Säulen unterscheidet, nicht mit betrachtet wird, schwankt der  $CV_{KG}$  innerhalb der Klasse F Säulen sogar nur um 0,2. In der Folge steigt der  $\bar{A}_{KG}$  bei allen Klasse F Säulen kontinuierlich während der gerichteten Erstarrung. Bei einer Säulenhöhe von 100 liegt  $\bar{A}_{KG}$  innerhalb der industriellen Säulen A, C, D, E und F zwischen 7,1 und 10,4 mm². Dies entspricht einer mittleren Zunahme von  $\bar{A}_{KG}$  um 160%. Die industrielle Säule B zeigt ein im Vergleich zu den anderen Säulen sehr starkes Kornwachstum von 360% auf den höchsten beobachteten  $\bar{A}_{KG}$  von 12,4 mm². Die THM\_1 Säule lässt sich sehr gut in die Ergebnisse der Säulen A, C, D, E und F einordnen. Die Verteilung der Korngrößen wird von Boden zur Kappe etwas ungleichmäßiger, was an dem leicht steigenden  $CV_{KG}$  zu erkennen ist. Trotz allem besitzen alle Klasse

F Säulen, unabhängig vom Kornwachstum, auch im kappennahen Bereich eine sehr einheitliche Korngrößenverteilung.



**Abbildung 31:** Entwicklung der mittleren Korngröße  $\bar{A}_{KG}$  und des Variationskoeffizienten  $CV_{KG}$  über die Säulenhöhe aller Klasse F Säulen.

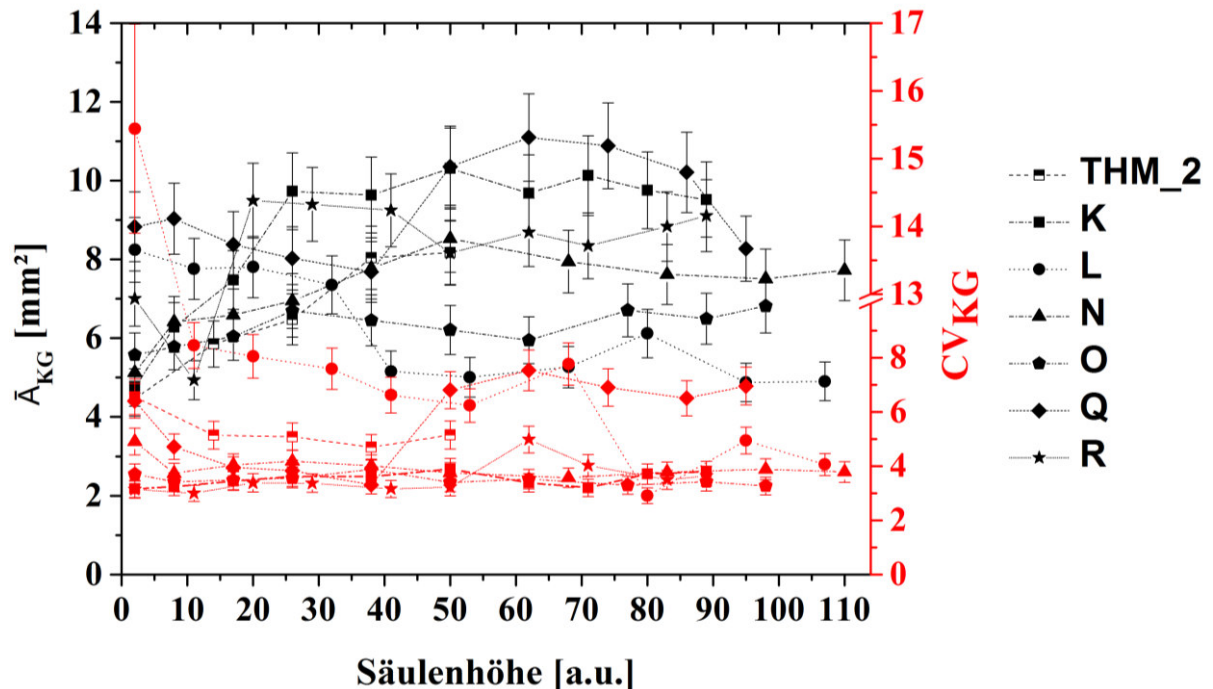
Tabelle 12 fasst die mittleren Korngrößen und die Variationskoeffizienten der bodennahsten und kappennahsten Wafer sowie die relative Entwicklung dieser Parameter vom Boden zur Kappe zusammen.

**Tabelle 12:** Mittlere Korngröße  $\bar{A}_{KG}$  und Variationskoeffizient  $CV_{KG}$  der bodennahsten und kappennahsten Klasse F Wafer sowie die relative Entwicklung beider Parameter vom Boden zur Kappe.

Säule	Bodennahste Wafer		Kappennahste Wafer		relative Entwicklung	
	$\bar{A}_{KG}$ [mm²]	$CV_{KG}$	$\bar{A}_{KG}$ [mm²]	$CV_{KG}$	$\bar{A}_{KG}$ [%]	$CV_{KG}$ [%]
THM_1	$2,6 \pm 0,3$	$1,7 \pm 0,2$	$5,2 \pm 0,5$	$2,0 \pm 0,2$	100	18
A	$3,0 \pm 0,3$	$1,7 \pm 0,2$	$7,7 \pm 0,8$	$3,0 \pm 0,3$	157	76
B	$2,7 \pm 0,3$	$2,5 \pm 0,3$	$12,5 \pm 1,3$	$3,4 \pm 0,3$	363	36
C	$3,5 \pm 0,4$	$1,8 \pm 0,2$	$7,1 \pm 0,7$	$2,6 \pm 0,3$	103	44
D	$3,7 \pm 0,4$	$1,8 \pm 0,2$	$9,9 \pm 1,0$	$3,0 \pm 0,3$	168	67
E	$4,0 \pm 0,4$	$1,8 \pm 0,2$	$10,4 \pm 1,0$	$2,7 \pm 0,3$	160	50
F	$4,1 \pm 0,4$	$1,9 \pm 0,2$	$10,1 \pm 1,0$	$2,7 \pm 0,3$	146	42

## 5.1.3 Klasse G Säulen

Die Entwicklung der mittleren Korngröße  $\bar{A}_{KG}$  und des Variationskoeffizienten  $CV_{KG}$  über die Säulenhöhe der Klasse G Säulen ist in Abbildung 32 dargestellt.



**Abbildung 32:** Entwicklung der mittleren Korngröße  $\bar{A}_{KG}$  und des Variationskoeffizienten  $CV_{KG}$  über die Säulenhöhe aller Klasse G Säulen.

Im Gegensatz zu den Klasse F Säulen sieht die Korngrößenentwicklung der Klasse G Säulen deutlich uneinheitlicher aus. Schon bei den bodennahsten Wafern schwankte  $\bar{A}_{KG}$  zwischen 4,5 und 8,8 mm<sup>2</sup>. Neben  $\bar{A}_{KG}$  schwankt auch der  $CV_{KG}$  zwischen 3,3 und 6,6 und beträgt für die Säule L sogar 15,4. Bei der Entwicklung des  $\bar{A}_{KG}$  über die Säulenhöhe werden viele verschiedene Tendenzen beobachtet. Säule K und N zeigen bis zur Säulenmitte eine leichte Zunahme des  $\bar{A}_{KG}$  um 2 mm<sup>2</sup> beziehungsweise 5 mm<sup>2</sup>, welche anschließend bis zur Kappe nahezu konstant bleibt. Säule L hingegen zeigt bis zur Säulenmitte eine Abnahme des  $\bar{A}_{KG}$  um 4 mm<sup>2</sup>, die dann wiederum bis zur Kappe nahezu konstant bleibt. Mit Säule O ist ebenfalls eine Säule vorhanden, die vom Boden bis zur Kappe einen vergleichbaren  $\bar{A}_{KG}$  von 6 mm<sup>2</sup> besitzt. Säule Q und R zeigen ihrerseits über die Säulenhöhe eine stärkere Schwankung des  $\bar{A}_{KG}$  um mehrere Quadratmillimeter.

Der  $CV_{KG}$ -Wert wird bei einigen Säulen vom Boden zur Kappe kleiner, sprich die Kornverteilung wird einheitlicher. Bei anderen Säulen bleibt der  $CV_{KG}$ -Wert nahezu konstant. Tabelle 13 zeigt die mittleren Korngrößen  $\bar{A}_{KG}$  und Variationskoeffizienten  $CV_{KG}$  der bodennahen

und kappennahen Wafer sowie die relative Entwicklung beider Kenngrößen vom Boden zur Kappe der Säule.

**Tabelle 13:** Mittlere Korngröße  $\bar{A}_{KG}$  und Variationskoeffizient  $CV_{KG}$  der bodennahsten und kappennahsten Klasse G Wafer sowie die relative Entwicklung beider Parameter vom Boden zur Kappe der Säulen.

Säule	Bodennahste Wafer		Kappennahste Wafer		relative Entwicklung	
	$\bar{A}_{KG}$ [mm <sup>2</sup> ]	$CV_{KG}$	$\bar{A}_{KG}$ [mm <sup>2</sup> ]	$CV_{KG}$	$\bar{A}_{KG}$ [%]	$CV_{KG}$ [%]
THM_2	4,5±0,5	6,6±0,7	8,2±0,8	5,1±0,5	82	-25
K	4,7±0,5	3,2±0,3	9,5±1,0	3,8±0,4	102	19
L	8,2±0,8	15,4±1,5	4,9±0,5	4,1±0,4	-40	-73
N	5,1±0,5	4,9±0,5	7,7±0,8	3,8±0,4	51	-22
O	5,6±0,6	3,7±0,4	6,8±0,7	3,3±0,3	21	-11
Q	8,8±0,9	6,4±0,6	8,3±0,8	7,0±0,7	-6	9
R	7,0±0,7	3,1±0,3	9,1±0,9	3,6±0,4	30	16

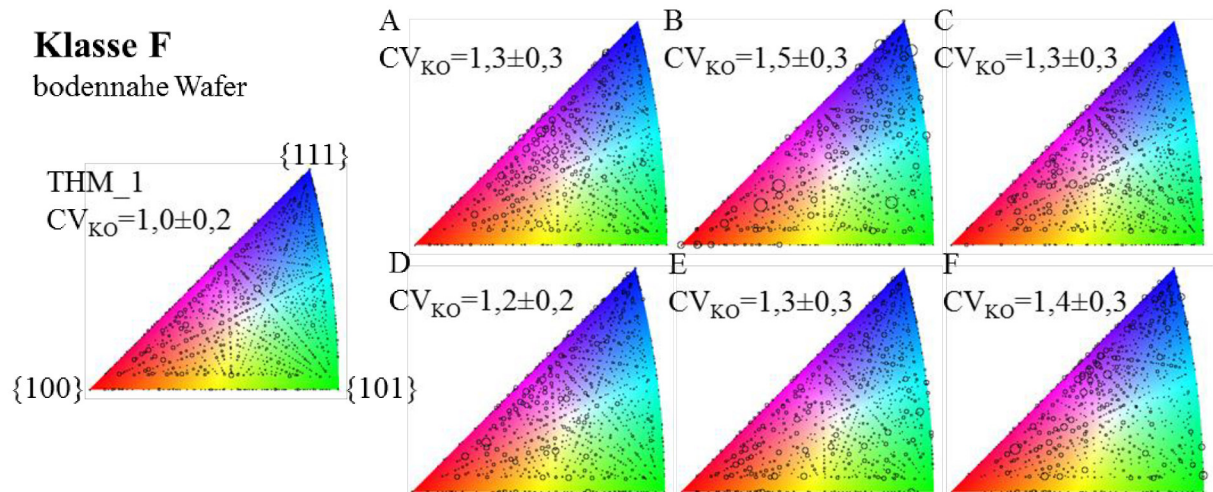
## 5.2 Kornorientierungsverteilung

In den folgenden beiden Abschnitten werden innerhalb jeder Klasse die Orientierungsverteilungen der boden- und kappennahen Wafer jeder Säule visualisiert und quantifiziert.

### 5.2.1 Klasse F Säulen

In Abbildung 33 sind zunächst die Kornorientierungsflächenanteile der bodennahen Klasse F Wafer gezeigt und die Kornorientierungsverteilung durch den Variationskoeffizienten  $CV_{KO}$  quantifiziert.

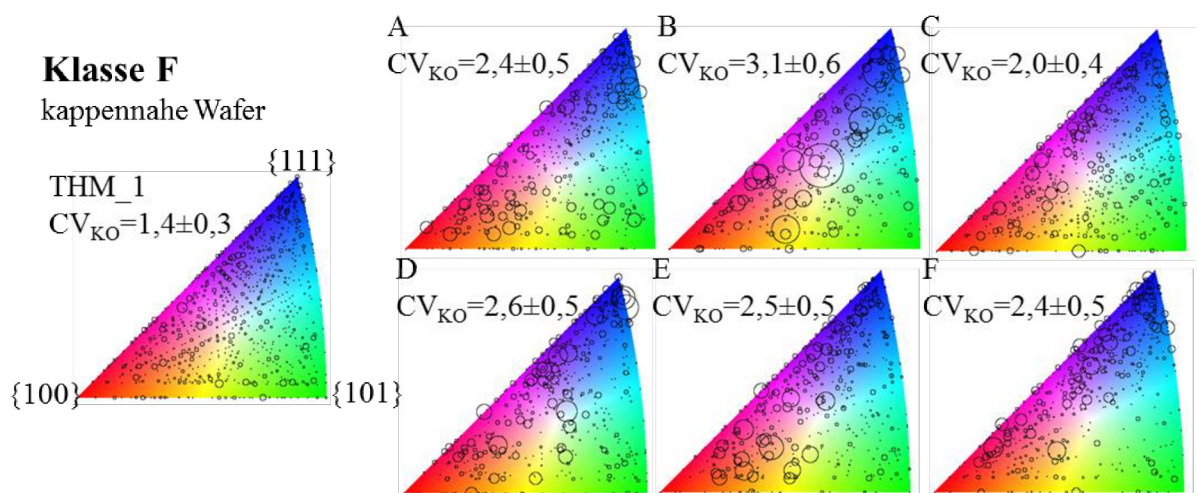




**Abbildung 33:** IPF der Kornorientierungsflächenanteile  $A_{KO\%}$  der bodennahen Klasse F Wafer.

Bei der Betrachtung der Ergebnisse sticht die extrem homogene Verteilung der Orientierungen über die gesamte IPF aller Säulen hervor, wobei eine leichte Tendenz hin zu  $\{11x\}$ -orientierten Körnern zu erkennen ist. Dieser visuelle Eindruck wird auch durch den geringen  $CV_{KO}$ , welcher zwischen 1,0 und 1,5 liegt, bestätigt.

Die Entwicklung der Kornorientierungsflächenanteile  $A_{KO\%}$  der kappennahen Wafer (Abbildung 34) ist bei allen Klasse F Säulen sehr ähnlich. Während  $A_{KO\%}$  der  $\{101\}$  nah orientierten Körner abnimmt, steigt der  $A_{KO\%}$  der  $\{11x\}$ -orientierten Körner deutlich an. Die Säule THM\_1 zeigt von allen Säulen im bodennahen wie auch kappennahen Bereich die einheitlichste Verteilung.



**Abbildung 34:** IPF der Kornorientierungsflächenanteile  $A_{KO\%}$  der kappennahen Klasse F Wafer.



Für eine nähere Quantifizierung der einheitlichen Orientierungsentwicklung aller Klasse F Säulen wurde der Kornorientierungsflächenanteil der {100}, {101} und {111}-orientierten Körner vom Boden- sowie Kappenwafer bestimmt und die relative Entwicklung berechnet (Tabelle 14). In die Berechnung wurden alle Körner mit einbezogen, die eine Verkippung kleiner  $10^\circ$  und somit eine kristallographische Ähnlichkeit zu den 3 betrachteten Orientierungen besitzen.

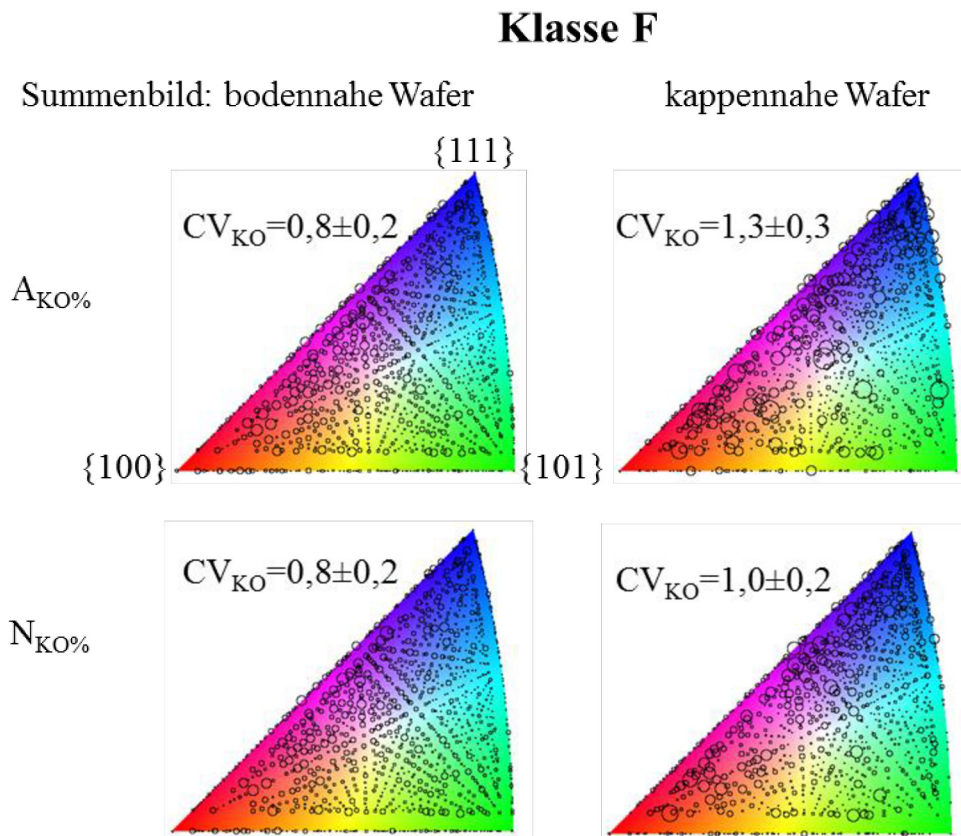
Die Ergebnisse bestätigen den visuellen Eindruck. Während bei allen Säulen der  $A_{KO\%}$  der {101}-orientierter Körner sinkt (Mittelwert =  $-36\%$ ), steigt der  $A_{KO\%}$  der {111}-orientierter Körner (Mittelwert =  $55\%$ ) an. {100}-orientierte Körner zeigen dagegen kein einheitliches Verhalten. Mit der Entstehung gewisser „Vorzugsorientierungen“ sind die Orientierungsverteilungen der kappennahen Wafer im Vergleich zu den bodennahen Wafern flächenmäßig inhomogener verteilt, was an dem leicht höheren  $CV_{KO}$ , welcher im kappennahen Bereich zwischen 1,4 und 3,1 liegt, zu erkennen ist.

**Tabelle 14:** Relative Entwicklung der Kornorientierungsflächenanteile  $A_{KO\%}$  der Klasse F Säulen, welche kleiner  $10^\circ$  zur {100}, {101} und {111} Orientierung fehlorientiert sind.

Säule	Relative Entwicklung der $A_{KO\%}$ [%]		
	{100}	{101}	{111}
THM_1	-47	-33	48
A	109	-26	73
B	-45	-37	6
C	30	-26	69
D	5	-47	106
E	-24	-53	24
F	94	-27	59

In Abbildung 35 wurden alle Orientierungen der industriellen bodennahen und kappennahen Klasse F Wafer (ohne THM\_1) summiert und anschließend als IPF des Kornorientierungsflächenanteils  $A_{KO\%}$  und Kornorientierungsmengenanteils  $N_{KO\%}$  dargestellt. Bei den bodennahen Wafern konnte somit einer Fläche von  $0,12 \text{ m}^2$  eine Orientierung zugewiesen werden, bei den kappennahen Wafern lag der Wert bei  $0,15 \text{ m}^2$ . Ein direkter visueller Vergleich beider IPF's soll dabei zeigen, ob größere Körner eine bevorzugte Orientierung besitzen. Während die bodennahen Klasse F Wafer sowohl im Flächenanteil ( $A_{KO\%}$ ) als auch im Mengenanteil ( $N_{KO\%}$ ) einen ähnlichen  $CV_{KO}$  aufweisen, tritt bei den kappennahen Wafern ein Unterschied von 0,3 auf. Dies deutet darauf hin, dass sich der  $A_{KO\%}$  und  $N_{KO\%}$  vom Boden zur Kappe

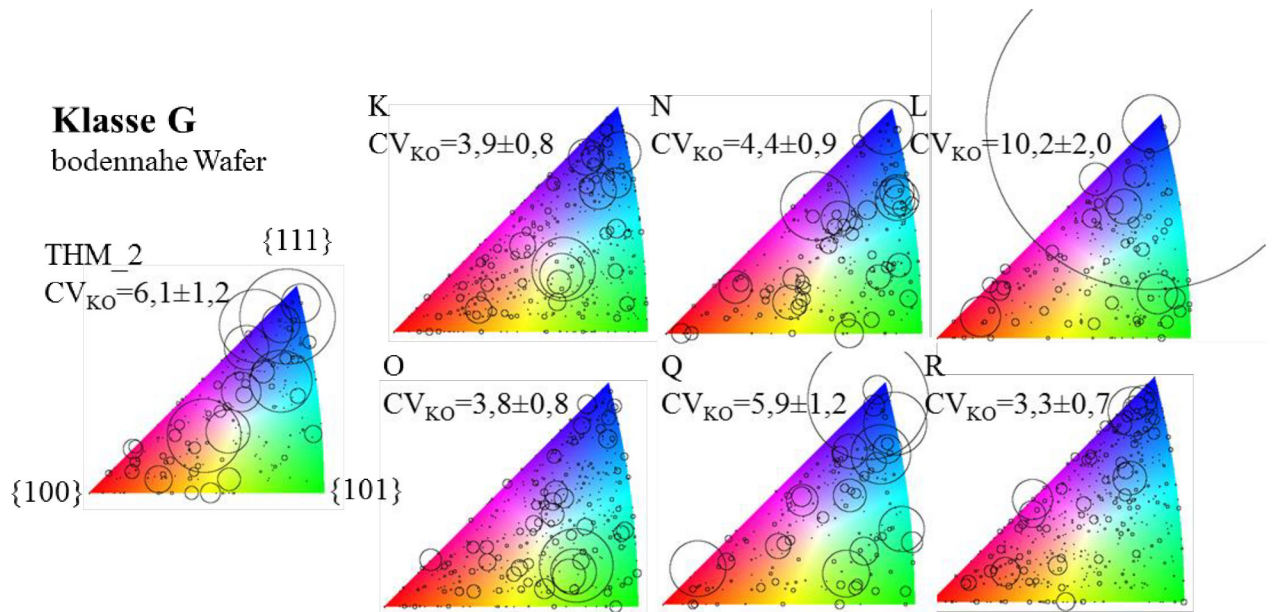
nicht gleichmäßig entwickeln. Bei einer näheren Betrachtung der IPF im Kappenbereich scheinen vor allem die  $A_{KO\%}$ -Werte der Orientierungen von  $\{100\}$  zu  $\{111\}$  im Vergleich zu den  $N_{KO\%}$ -Werten derselben Orientierungen größer zu sein.



**Abbildung 35:** IPF Summenbild der Kornorientierungsflächenanteile  $A_{KO\%}$  und Kornorientierungsmengenanteile  $N_{KO\%}$  der industriellen boden- und kappennahen Klasse F Wafer (ohne THM\_1).

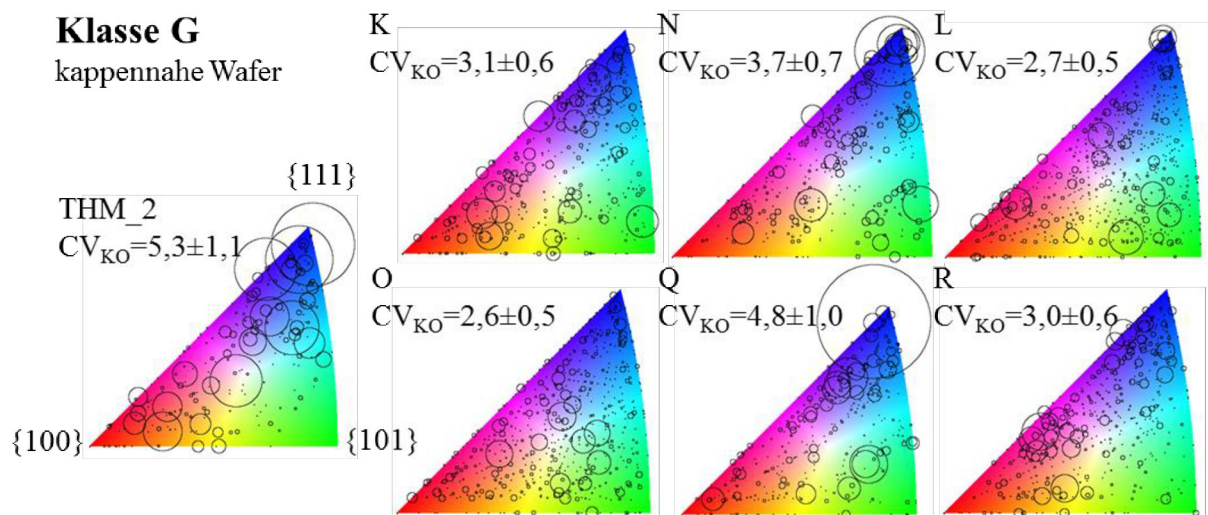
### 5.2.2 Klasse G Säulen

Die bodennahsten Klasse G Wafer zeigen mit einem  $CV_{KO}$  größer 3 sehr uneinheitliche Orientierungsverteilungen (Abbildung 36), die sich zudem deutlich voneinander unterscheiden. Je höher der  $CV_{KO}$  ist, desto mehr kann von einer Vorzugsorientierung gesprochen werden. Säule L besitzt beispielsweise mit 10,2 den höchsten  $CV_{KO}$  und auch einen extrem großen Kreis, welcher nicht komplett darstellbar war. Dieser Kreis repräsentiert im Wesentlichen ein sehr großes Korn (Abbildung 29, L), welches  $\{111\}$ -orientiert ist und somit einen Großteil der Waferfläche einnimmt. Mit Ausnahme von Säule O besitzen alle anderen Säulen einen erhöhten Flächenanteil an  $\{111\}$  nah orientierten Körnern.



**Abbildung 36:** IPF der Kornorientierungsflächenanteile  $A_{KO\%}$  der bodennahen Klasse G Wafer.

Im Gegensatz zu den Klasse F Säulen ist bei der Entwicklung der Orientierungsverteilung der einzelnen Wafer vom Boden zur Kappe hin (Abbildung 37) kein einheitlicher Trend festzustellen. Dies zeigt sich auch bei der vereinfachten Quantifizierung der Kornorientierungsflächenanteile der  $\{100\}$ -,  $\{101\}$ - und  $\{111\}$ -orientierten Körner (Tabelle 15), die in Abhängigkeit von der betrachteten Säule nahezu konstant bleiben, sinken oder steigen.



**Abbildung 37:** IPF der Kornorientierungsflächenanteile  $A_{KO\%}$  der kappennahen Klasse G Wafer.

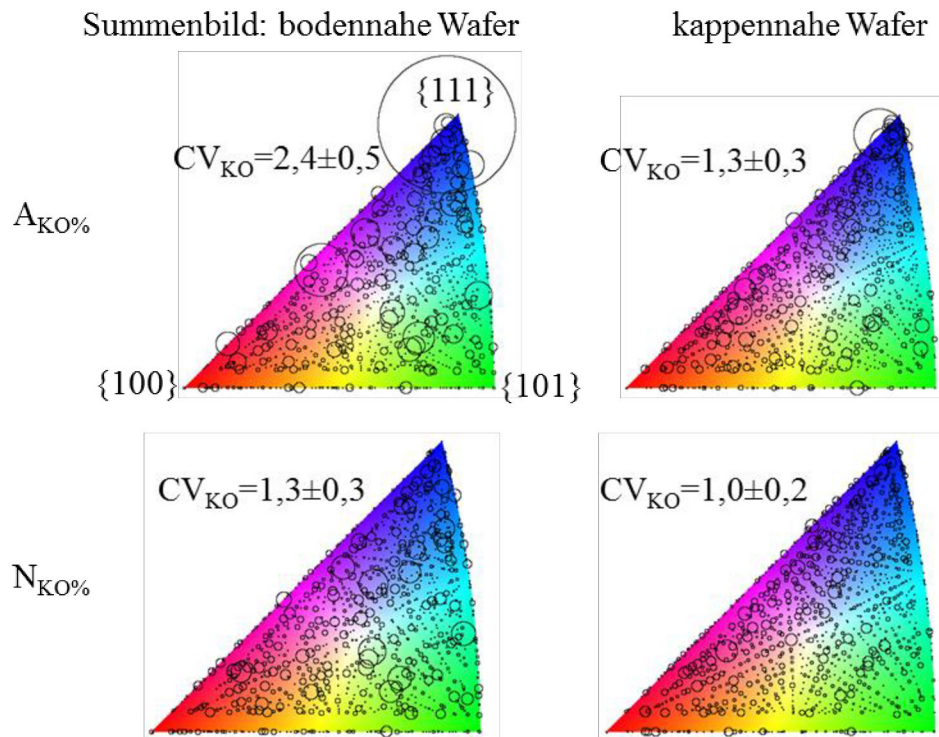
**Tabelle 15:** Relative Entwicklung der Kornorientierungsflächenanteile  $A_{KO\%}$  der Klasse G Säulen, welche kleiner  $10^\circ$  zur  $\{100\}$ ,  $\{101\}$  und  $\{111\}$  Orientierung misorientiert sind.

Säule	Relative Entwicklung der $A_{KO\%}$ [%]		
	$\{100\}$	$\{101\}$	$\{111\}$
THM_2	20	23	-3
K	14	-10	-2
L	-12	-3	-60
N	-77	-1	167
O	169	-20	-3
Q	-50	8	-8
R	-41	-27	-22

In Abbildung 38 wurden für den Boden- und Kappenbereich die Summenbilder aller untersuchten industriellen Klasse G Säulen (ohne THM\_2) dargestellt. Im bodennahen wie auch kappennahen Bereich konnte jeweils einer Fläche von  $0,15 \text{ m}^2$  Orientierungen zugewiesen werden. Anders als bei den Klasse F Säulen ist die Verteilung der Kornorientierungsflächenanteile  $A_{KO\%}$  und Kornorientierungsmengenanteile  $N_{KO\%}$  der bodennahen Wafer im Vergleich zu den kappennahen Wafern deutlich inhomogener. Zudem ist bei den Klasse G Wafern im bodennahen Bereich ein deutlicher Unterschied zwischen der Verteilung des  $A_{KO\%}$  und  $N_{KO\%}$  zu erkennen. Dies zeigt ebenfalls der um 1,1 niedrigere  $CV_{KO}$  der bodennahen  $N_{KO\%}$ -Verteilung im Vergleich zur  $A_{KO\%}$ -Verteilung. Ohne eine exakte Quantifizierung der Werte scheint vor allem erneut der  $A_{KO\%}$  der nahe  $\{111\}$ -orientierten Körner im Verhältnis zu  $N_{KO\%}$  der gleichen Orientierungen größer zu sein. Dies deutet erneut darauf hin, dass große Körner oft eine  $\{111\}$  nahe Orientierung besitzen. Das Summenbild der kappennahen Wafer zeigt wie auch schon die einzelnen Orientierungsverteilungen eine im Vergleich zum Boden homogenere Verteilung. Es ist vor allem interessant, dass bei den Summenbildern der Klasse G Wafer ebenfalls eine Zunahme des  $A_{KO\%}$  der  $\{11x\}$ -orientierten Körner zu erkennen ist, während diese bei der Entwicklung der einzelnen Klasse G Säulen (Abbildung 37) nicht eindeutig beobachtet werden konnte. Bei einem direkten Vergleich der kappennahen Orientierungsverteilung der Summenbilder ( $0,15\text{m}^2$ ) zwischen Klasse F (Abbildung 35) und Klasse G (Abbildung 38) sind visuell kaum Unterschiede zu erkennen.



## Klasse G



**Abbildung 38:** IPF Summenbild der Kornorientierungsflächenanteile  $A_{KO\%}$  und Kornorientierungsmengenanteile  $N_{KO\%}$  der industriellen boden- und kappen-nahen Klasse G Wafer (ohne THM\_2).

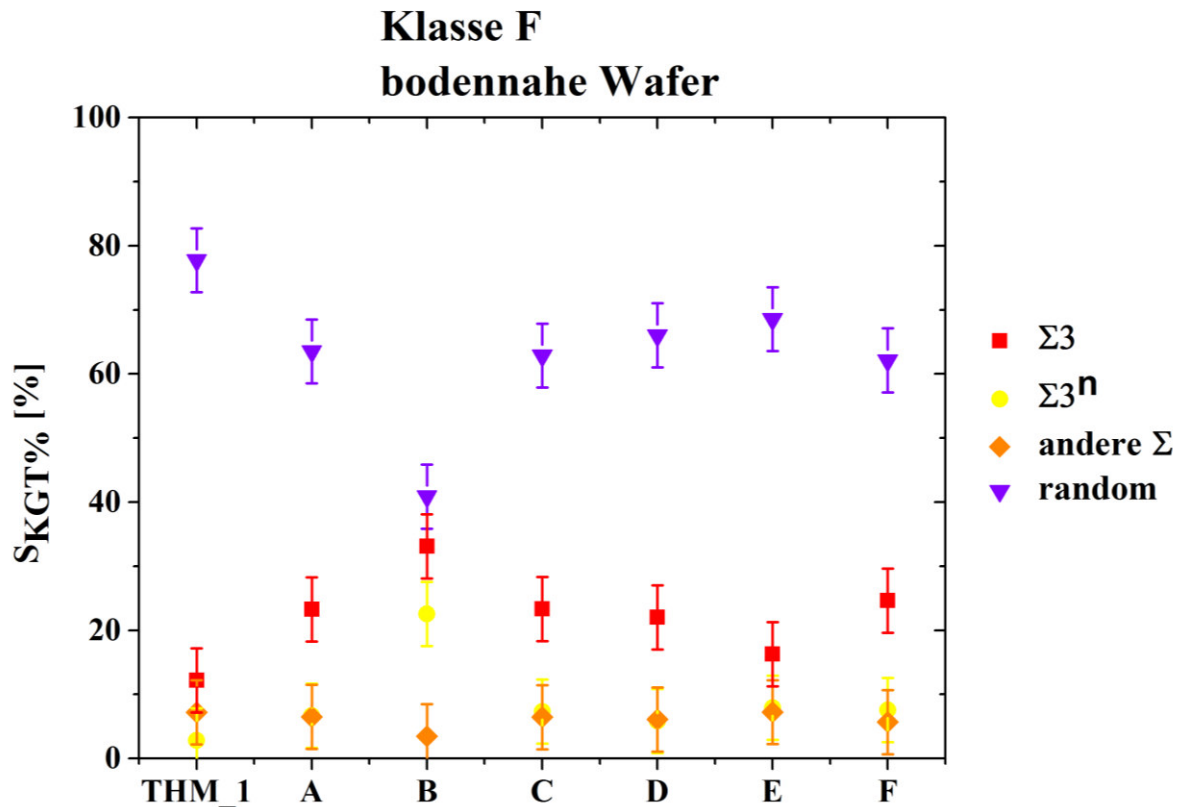
### 5.3 Korngrenztypverteilung

Nachdem die Verteilung der Kornorientierungen präsentiert wurde, wird in den folgenden Abschnitten die Verteilung der Korngrenztypen beider Klassen dargestellt und interpretiert.

#### 5.3.1 Klasse F Säulen

In Abbildung 39 sind zunächst die Korngrenztypverteilungen der bodennahen Wafer aufgetragen. Die industriellen Säulen A, C, D, E und F besitzen eine sehr ähnliche Korngrenztypverteilung. Von der gesamt gemessenen Korngrenztypplänge beträgt der random-Korngrenztypplängenanteil  $S_{KGT\%}$  ungefähr 65 %, der  $\Sigma 3$ - $S_{KGT\%}$  rund 25 %, der  $\Sigma 3^n$ - $S_{KGT\%}$  7,5 % und der  $S_{KGT\%}$  der anderen  $\Sigma$ -Korngrenzen 7,5 %. Die THM\_1 Säule zeigt einen nochmals erhöhten  $S_{KGT\%}$  der random-Korngrenzen von 80 % und einen um 15 % verringerten  $\Sigma 3$ - $S_{KGT\%}$ , während der  $S_{KGT\%}$  der  $\Sigma 3^n$  und anderen  $\Sigma$ -Korngrenzen mit ungefähr 7,5 % vergleichbar zu den Säulen A, C, D, E und F ist.

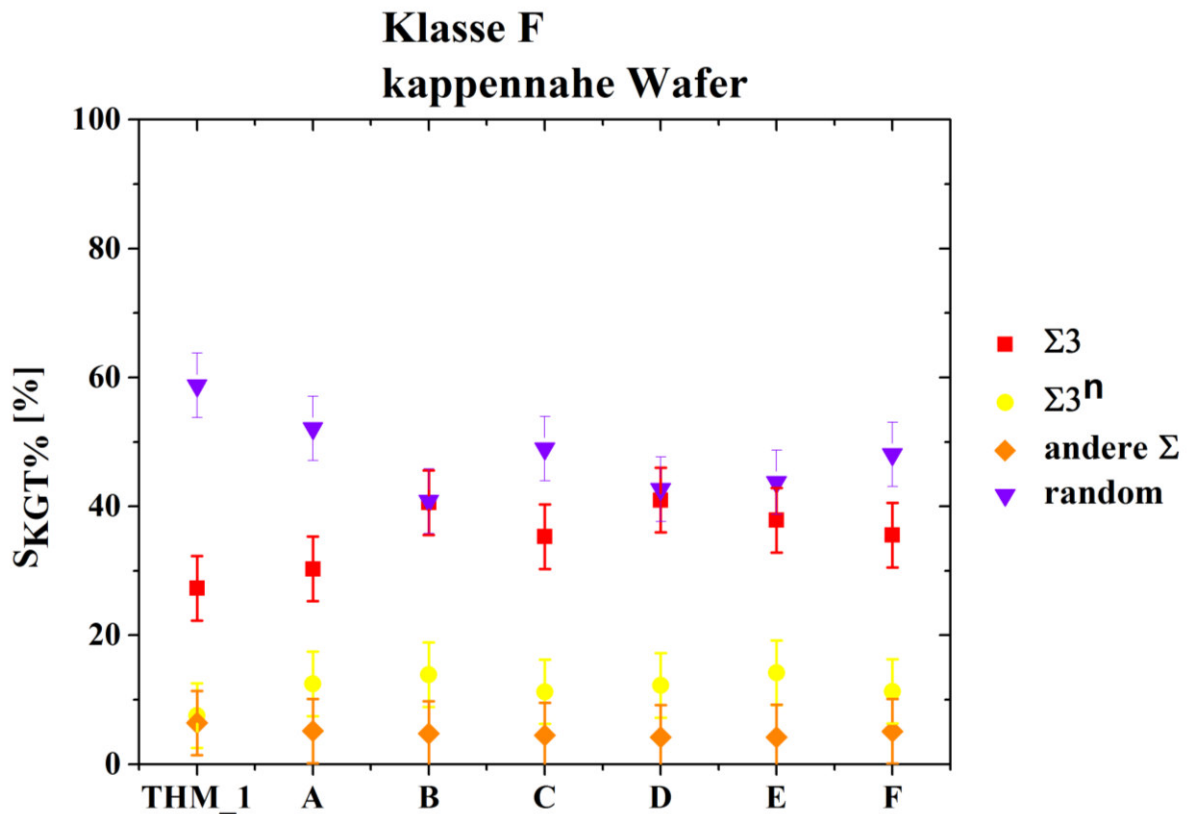
Die industrielle Säule B zeigt im direkten Vergleich zu den anderen industriellen Säulen eine deutlich veränderte Verteilung. Der random- $S_{KGT}\%$  liegt bei 40% und ist somit geringer als bei den anderen Klasse F Säulen, während der  $S_{KGT}\%$  der  $\Sigma 3$ -Korngrenzen mit 35% höher ist. Neben des veränderten random- und  $\Sigma 3$ - $S_{KGT}\%$  Werten der Säule B ist vor allem auffällig, dass der  $S_{KGT}\%$  der Zwillingsskorngrenzen höherer Ordnung  $\Sigma 3^n$  mit ungefähr 25% deutlich oberhalb der anderen Klasse F Säulen liegt.



**Abbildung 39:** Verteilung der Korngrenztypanteile  $S_{KGT}\%$  der bodennahen Klasse F Wafer. Die Auswertung erfolgte nach  $\Sigma 3$ -,  $\Sigma 3^n$ -, anderen  $\Sigma$ - und random-Korngrenzen.  $S_{KGT}\%$  bezieht sich auf die Gesamtkorngrenzlänge aller ermittelten Korngrenztypen.

Wird Säule B von der Betrachtung ausgeschlossen ist festzustellen, dass die bodennahe Korngrenztypverteilung der Klasse F Säulen durch einen sehr hohen random- $S_{KGT}\%$  von mehr als 60% und einem geringen Zwillingss- $S_{KGT}\%$  von weniger als 30% charakterisiert ist.

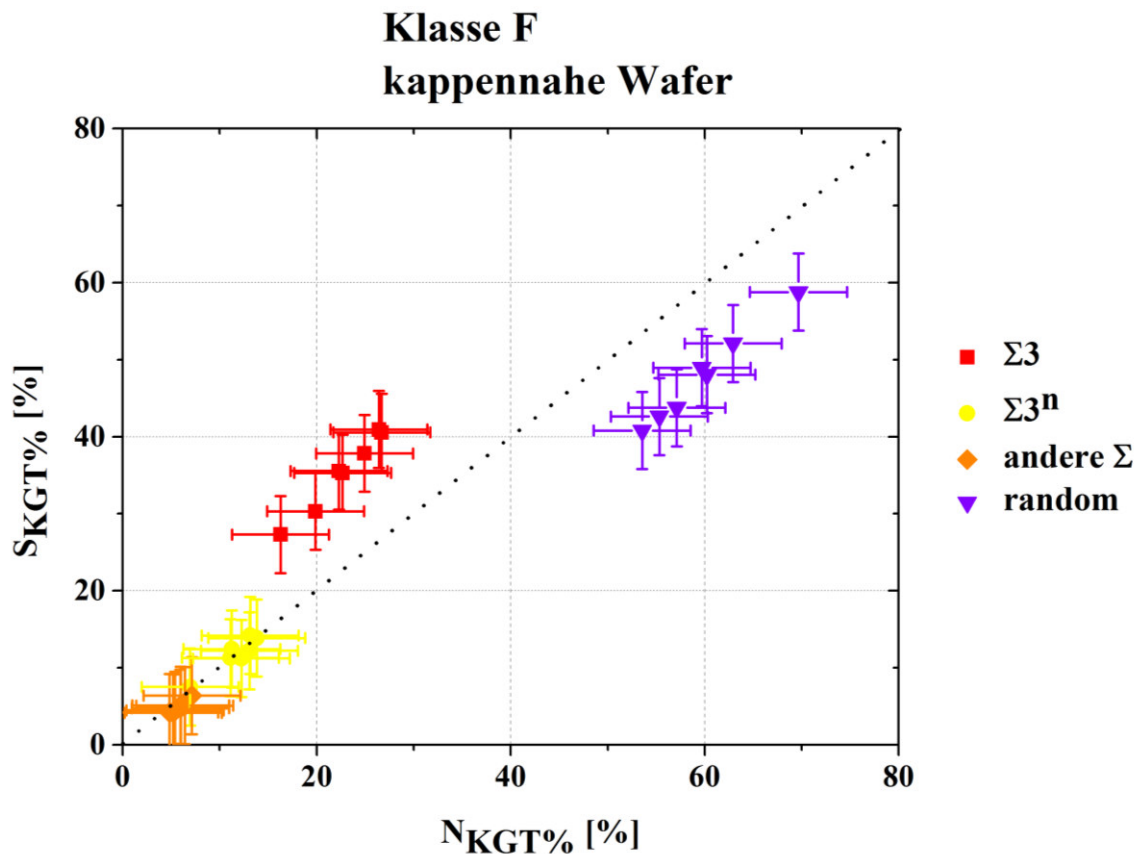
Nachdem die Verteilung von  $S_{KGT}\%$  der bodennahen Wafer betrachtet wurde, ist in Abbildung 40 die Verteilung von  $S_{KGT}\%$  der kappennahen Wafer der Klasse F Säulen dargestellt.



**Abbildung 40:** Verteilung der Korngrenztypplängenanteile  $S_{KGT}\%$  der kappennahen Klasse F Säulen. Die Auswertung erfolgte nach  $\Sigma 3$ -,  $\Sigma 3^n$ -, anderen  $\Sigma$ - und random-Korngrenzen. Der  $S_{KGT}\%$  bezieht sich auf die Gesamtkorngrenzlänge aller ermittelten Korngrenztypen.

Bei der Korngrenztypentwicklung vom Boden zur Kappe zeigen mit Ausnahme von Säule B erneut alle Klasse F Säulen ein einheitliches Verhalten. Es kommt im Mittel zu einer Abnahme des random- $S_{KGT}\%$  um 18 %, während der  $\Sigma 3$ - $S_{KGT}\%$  um 14 % und der  $\Sigma 3^n$ - $S_{KGT}\%$  im Mittel um 5 % zunimmt. Die anderen  $\Sigma$ -Korngrenzen haben einen nahezu unveränderten  $S_{KGT}\%$ . Säule B zeigt dagegen nur geringfügige Änderungen des random- $S_{KGT}\%$ , während der  $\Sigma 3$ - $S_{KGT}\%$  um 9 % steigt und im selben Maße der  $\Sigma 3^n$ - $S_{KGT}\%$  sinkt.

Eine ebenfalls sehr interessante Darstellung der Ergebnisse ist eine Auftragung des Korngrenztypplängenanteils  $S_{KGT}\%$  über den Korngrenztypmengenanteil  $N_{KGT}\%$ . Ein solches Diagramm ist in Abbildung 41 beispielhaft für die kappennahen Wafer der Klasse F abgebildet.



**Abbildung 41:** Korngrenztyplängenanteil  $S_{KGT}\%$  vs. Korngrenztypmängenanteil  $N_{KGT}\%$  der kappennahen Klasse F Wafer. Die Auswertung erfolgte nach  $\Sigma 3$ -,  $\Sigma 3^n$ -, anderen  $\Sigma$ - und random-Korngrenzen. Der  $S_{KGT}\%$  beziehungsweise  $N_{KGT}\%$  bezieht sich auf die Gesamtkorngrenzlänge beziehungsweise die Gesamtkorngrenzanzahl aller ermittelten Korngrenztypen.

Bei der gewählten Auftragung wurde bewusst auf die Bezeichnung der Datenpunkte verzichtet, da der Schwerpunkt auf das Verhältnis zwischen  $S_{KGT}\%$  und  $N_{KGT}\%$  gelegt werden soll. Es wird deutlich, dass der  $S_{KGT}\%$  der  $\Sigma 3$ -Korngrenzen deutlich über dem  $N_{KGT}\%$  derselben Korngrenzen liegt. Dies bedeutet, dass große benachbarte Körner häufig in einem Zwillingungsverhältnis erster Ordnung zueinander stehen. Dieses Verhältnis ist bei den random-Korngrenzen genau umdreht, was wiederum bedeutet, dass kleine benachbarte Körner häufig stärker zueinander fehlorientiert sind. Eine quantitative Zusammenfassung des  $S_{KGT}\%$  und  $N_{KGT}\%$  der bodennahen und kappennahen Korngrenztypen sowie deren Verhältnisse werden in Tabelle 16 dargestellt.

Das Verhältnis zwischen  $S_{KGT}\%$  und  $N_{KGT}\%$  ist bei den bodennahen wie auch kappennahen Wafern vergleichbar. Es liegt bei den  $\Sigma 3$ -Korngrenzen bei 1,6, während die  $\Sigma 3^n$ -Korngrenzen einem den Korngrenztypmengenanteil entsprechenden Korngrenztyplängenanteil besitzen und die anderen  $\Sigma$ - wie auch random-Korngrenzen ein Verhältnis von 0,85 haben.

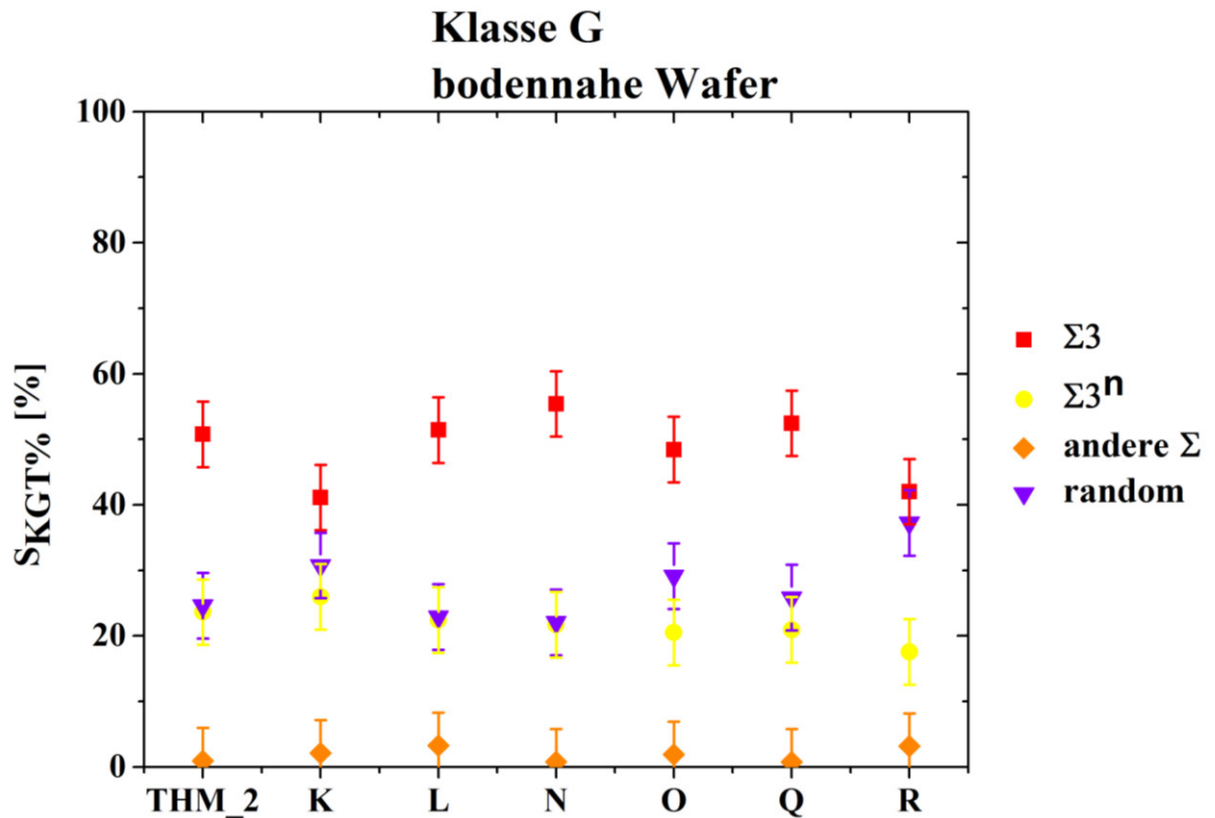


**Tabelle 16:** Zusammenfassung der Korngrenztyplängenanteil  $S_{KGT\%}$  und Korngrenztypmengenanteil  $N_{KGT\%}$  aller bodennaher (Boden) und kappennaher (Kappe) Wafer, deren Differenz sowie das Verhältnis von  $S_{KGT\%}$  zu  $N_{KGT\%}$ . Die Abkürzung A steht für die anderen  $\Sigma$ - und R für die random-Korngrenztypen.

	$S_{KGT\%} [\%]$				$N_{KGT\%} [\%]$				$S_{KGT\%}/N_{KGT\%}$			
	$\Sigma 3$	$\Sigma 3^n$	A $\Sigma$	R	$\Sigma 3$	$\Sigma 3^n$	A $\Sigma$	R	$\Sigma 3$	$\Sigma 3^n$	A $\Sigma$	R
Boden	23,5	10,4	5,8	60,3	15,2	9,8	6,6	68,5	1,6	1,1	0,9	0,9
Kappe	36,0	12,1	4,9	47,0	23,2	11,9	5,8	59,0	1,6	1,0	0,8	0,8

### 5.3.2 Klasse G Säulen

Die Korngrenztypverteilungen der bodennahen Wafer der Klasse G Säulen (Abbildung 42) unterscheiden sich deutlich von denen der Klasse F Säulen. Der Großteil, im Mittel 50 %, des Korngrenztyplängenanteils  $S_{KGT\%}$  ist vom  $\Sigma 3$ -Typ, während der  $\Sigma 3^n$ - und random- $S_{KGT\%}$  mit Ausnahme von Säule R jeweils ungefähr 25 % betragen. Der  $S_{KGT\%}$ -Wert der anderen  $\Sigma$ -Korngrenzen ist mit ungefähr 5 % verhältnismäßig gering. Im Gegensatz zu der bodennahen Orientierungs- und Korngrößenverteilung ist die Korngrenztypverteilung innerhalb der Klasse G Säulen deutlich homogener. Säule THM\_2, K, L, N, O und Q besitzen innerhalb des Fehlers sehr ähnliche  $S_{KGT\%}$ -Werte. Lediglich Säule R fällt mit einem vergleichsweise höheren random- und verringerten  $\Sigma 3^n$ -  $S_{KGT\%}$  auf.

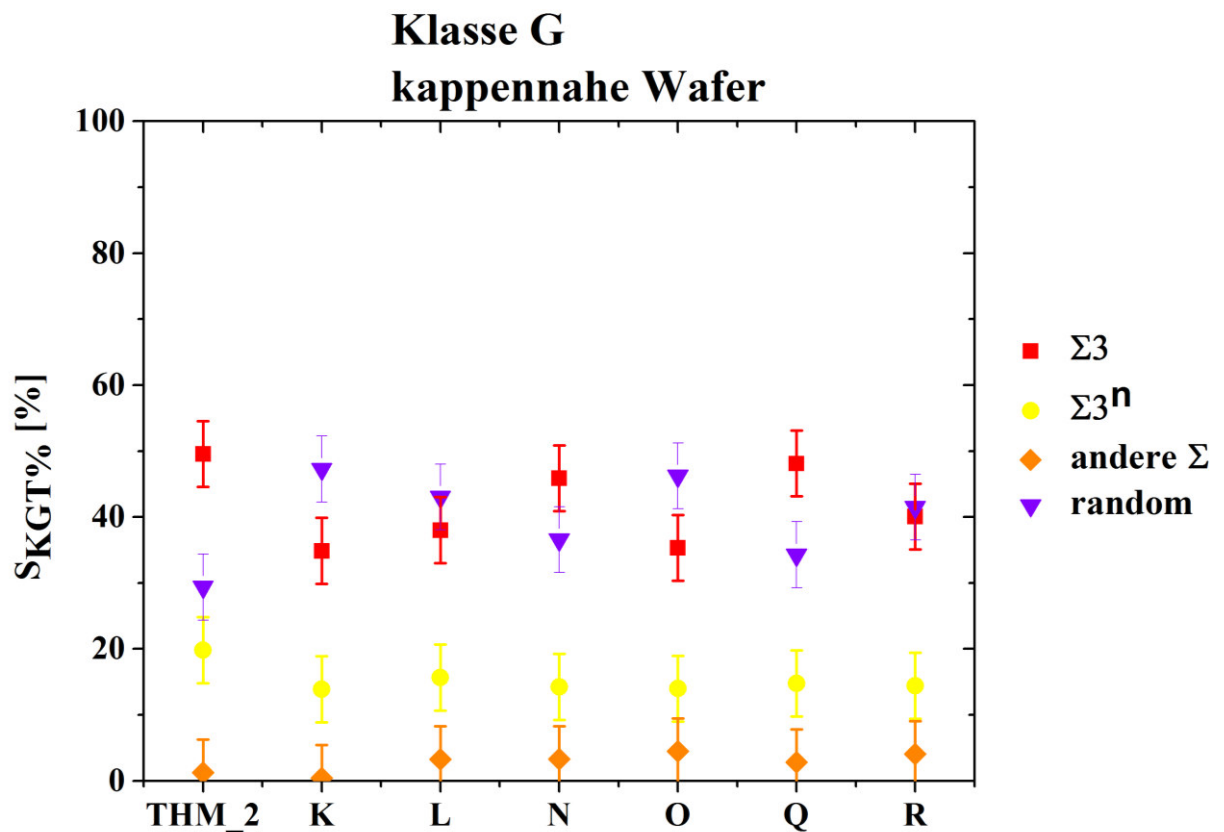


**Abbildung 42:** Verteilung der Korngrenztyplängenanteile  $S_{KGT\%}$  der bodennahen Klasse G Wafer. Die Auswertung erfolgte nach  $\Sigma 3$ -,  $\Sigma 3^n$ -, anderen  $\Sigma$ - und random-Korngrenzen. Der  $S_{KGT\%}$  bezieht sich auf die Gesamtkorngrenzlänge aller ermittelten Korngrenztypen.

Die  $S_{KGT\%}$ -Werte der Klasse G Säulen im Kappenbereich (Abbildung 43) unterscheiden sich nur geringfügig von den  $S_{KGT\%}$ -Werten der Klasse F Säulen im Kappenbereich (Abbildung 40), was neben den beiden Diagrammen auch an absoluten Werten aller Kappenwafer der Klasse F und G in Tabelle 16 und Tabelle 17 zu erkennen ist. Aufgrund der stark unterschiedlichen  $S_{KGT\%}$ -Verteilung beider Klassen im Bodenbereich wird klar, dass sich die Entwicklung des  $S_{KGT\%}$  der verschiedenen Korngrenztypen zwischen den Klassen unterscheiden muss. Bei den Klasse G Säulen kommt es dabei im Mittel zu einer 7 prozentigen Abnahme des  $\Sigma 3$ - und  $\Sigma 3^n$ - $S_{KGT\%}$ -Wertes und zu einer 12 prozentigen Zunahme des random-  $S_{KGT\%}$ -Wertes. Der  $S_{KGT\%}$ -Wert der anderen  $\Sigma$ -Korngrenzen bleibt nahezu unverändert.

Wie bei den Klasse F Säulen wurden die Korngrenztyplängenanteile  $S_{KGT\%}$  und Korngrenztypmengenanteile  $N_{KGT\%}$  in Tabelle 17 zusammengefasst und das Verhältnis aus beiden berechnet. Die Klasse G Säulen besitzen wie die Klasse F Säulen sowohl im boden- wie auch im kappennahen Bereich für die  $\Sigma 3$ -Korngrenzen mit 1,5 das größte Verhältnis zwischen  $S_{KGT\%}$  und  $N_{KGT\%}$  gefolgt von den  $\Sigma 3^n$ -Korngrenzen, während die anderen  $\Sigma$ - und random-Korngrenzen wie bei den Klasse F Säulen das geringste Verhältnis zeigen. Dies deutet erneut

darauf hin, dass große benachbarte Körner häufig ein Zwillingsverhältnis zueinander besitzen während kleine benachbarte Körner stark zueinander fehlorientiert sind.



**Abbildung 43:** Verteilung der Korngrenztypplängenanteile  $S_{KGT}\%$  der kappennahen Klasse G Wafer. Die Auswertung erfolgte nach  $\Sigma 3$ -,  $\Sigma 3^n$ -, anderen  $\Sigma$ - und random-Korngrenzen. Der  $S_{KGT}\%$  bezieht sich auf die Gesamtkorngrenzplänge aller ermittelten Korngrenztypen.

**Tabelle 17:** Zusammenfassung der  $S_{KGT}\%$  und  $N_{KGT}\%$  aller bodennaher (Boden) und kappennaher (Kappe) Klasse G Wafer, deren Differenz sowie das Verhältnis aus  $S_{KGT}\%$  zu  $N_{KGT}\%$ . Die Abkürzung A steht für die anderen  $\Sigma$ - und R für die random-Korngrenztypen.

	SKGT % [ %]				NKGT % [ %]				SKGT %/NKGT %			
	$\Sigma 3$	$\Sigma 3^n$	A $\Sigma$	R	$\Sigma 3$	$\Sigma 3^n$	A $\Sigma$	R	$\Sigma 3$	$\Sigma 3^n$	A $\Sigma$	R
Boden	48,8	21,8	1,9	27,5	33,9	27,7	2,6	35,8	1,4	0,8	0,7	0,8
Kappe	41,7	15,3	2,8	39,7	27,7	16,9	3,6	51,1	1,5	0,9	0,8	0,8

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass sich die bodennahen Korngrößen-, Kornorientierungs- und Korngrenztypverteilungen beider Klassen signifikant voneinander unterscheiden, während die Kornstrukturen im kappennahen Bereich sehr ähnlich sind.

## 5.4 Ätzgrubendichte

Nachdem in den vorhergehenden Kapiteln die Kornstrukturen der Klasse F und Klasse G Säulen ausführlich untersucht wurden, folgt in diesem Kapitel eine Analyse hinsichtlich ihrer Ätzgrubendichte. Die Methode der Ätzgrubendichtebestimmung konnte nur an den Säulen THM\_1 und THM\_2 durchgeführt werden, da die industriellen Wafer nur 160  $\mu\text{m}$  dünn waren und somit die für die Analyse notwendige Probenpräparation nicht durchgeführt werden konnte. Aus den Säulen THM\_1 und THM\_2 wurde jeweils eine Probe bei einer Kristallhöhe von 80mm entnommen und nach der Präparation vollflächig auf 156x156  $\text{mm}^2$  hinsichtlich ihrer Ätzgrubendichte untersucht.

### 5.4.1 Klasse F Säulen

In Abbildung 44 ist die Ätzgrubendichtekarte des THM\_1 Wafers, ein hinsichtlich der Kornstruktur typischer Klasse F Wafer, abgebildet. Es ist deutlich zu erkennen, dass auf dem untersuchten Wafer eine hohe Anzahl an kleinen Ätzgruben reichen Gebieten (rote Bereiche in Abbildung 44) existiert.

Für eine genauere Quantifizierung der Ergebnisse wurden alle Pixel, die eine Ätzgrubendichte  $> 3 \times 10^5$  Ätzgruben/ $\text{cm}^2$  (ab  $\log 5,5$ ) repräsentieren, statistisch ausgewertet (Tabelle 18). Als Versetzungscluster wurden nur die Bereiche definiert, bei denen eine zusammenhängende Fläche von mehr als 1  $\text{mm}^2$  durch Ätzgrubendichten oberhalb von  $3 \times 10^5$  Ätzgruben/ $\text{cm}^2$  erreicht wurde. Für die Bestimmung des flächenhaften Ätzgrubenanteils wurden dagegen alle Pixel mit einer Versetzungsdichte größer  $3 \times 10^5$  Ätzgruben/ $\text{cm}^2$  berücksichtigt.

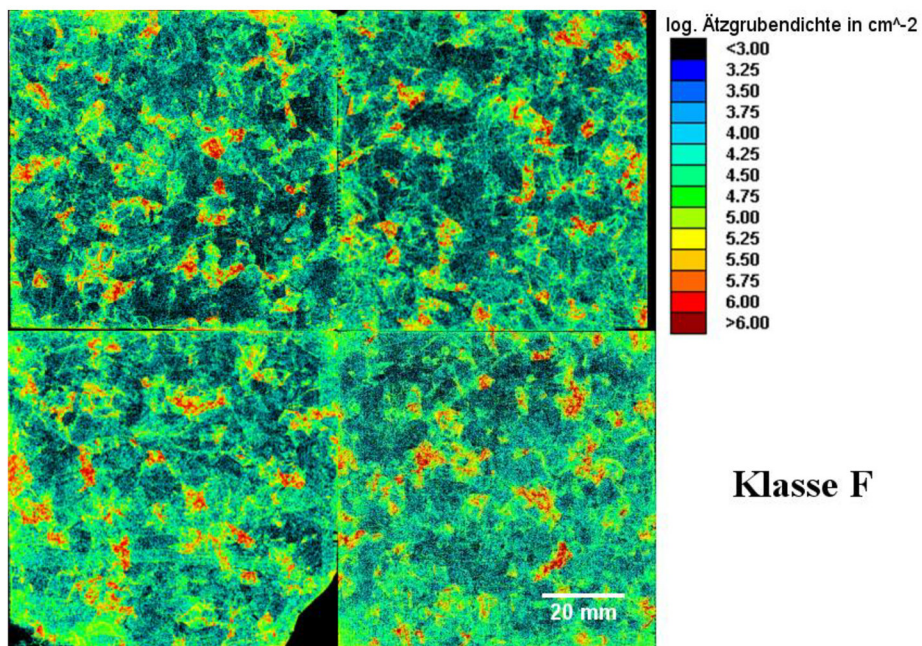
Die Ergebnisse bestätigen den visuellen Eindruck der Ätzgrubendichtekarte (Abbildung 44). Für den Klasse F Wafer THM\_1 ergeben sich 250 Cluster mit einer mittleren Fläche von 5  $\text{mm}^2$ . Die flächenhafte Auswertung ergab, dass 6 % des gesamten Wafers mit einer erhöhten Ätzgrubendichte belegt sind.

### 5.4.2 Klasse G Säulen

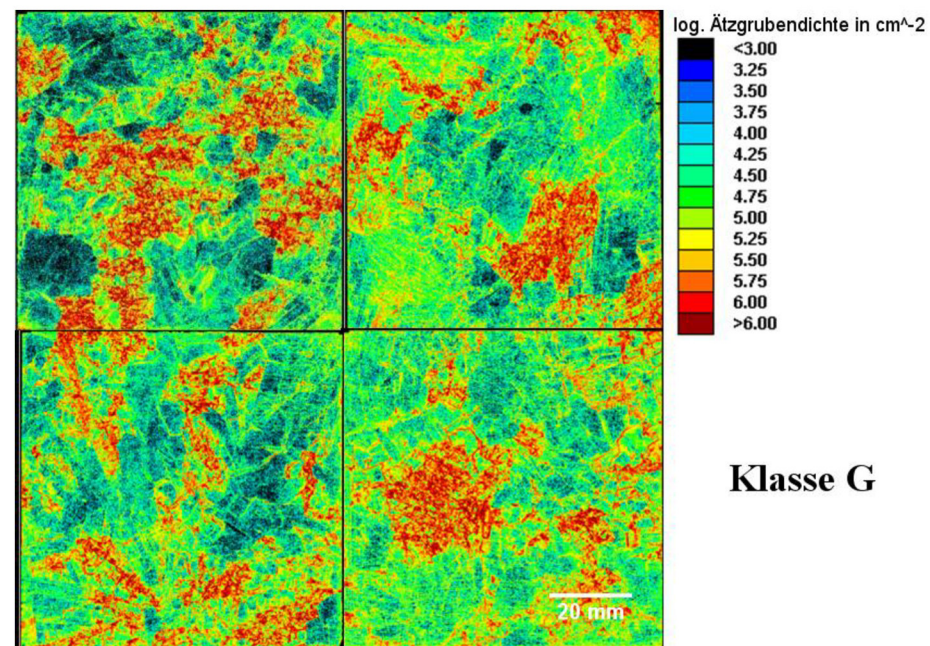
Im direkten Vergleich zum typischen Klasse F Wafer ist in Abbildung 45 die Ätzgrubendichtekarte von der THM\_2 Säule, welche einen typischen Vertreter der Klasse G darstellt, abgebildet. Es ist deutlich zu erkennen, dass hier statt vieler kleiner wenige sehr große Gebiete mit erhöhter Ätzgrubendichte (rote Bereiche in Abbildung 45) existieren.

Die statistische Auswertung zeigt, dass 214 Cluster vorhanden sind, die eine mittlere Fläche von  $25 \text{ mm}^2$  besitzen. Es sei an dieser Stelle erwähnt, dass die statistische Auswertung der Cluster fehleranfällig ist, da nur zusammenhängende Pixel, die eine Ätzgrubendichte größer  $3 \times 10^5$  Ätzgruben/ $\text{cm}^2$  besitzen, ausgewertet wurden. Vor allem bei der Klasse G Wafer liegen jedoch oft zwischen den Ätzgruben reichen Pixeln auch solche, die eine leicht verringerte Ätzgrubendichte kleiner  $3 \times 10^5$  Ätzgruben/ $\text{cm}^2$  besitzen. Deshalb werden entweder mehrere Cluster gezählt oder gar Flächen von dieser Auswertung ausgeschlossen, obwohl es eigentlich ein großes Cluster ist. Es kann daher davon ausgegangen werden, dass die wirkliche Clusteranzahl bei der Klasse G Wafer nochmals niedriger und die mittlere Clustergröße höher ist als die tabellarischen Werte.

Für die Bestimmung des flächenhaften Ätzgrubenanteils ergab sich, dass mit 23 % ein im Vergleich zum Klasse F Wafer fast viermal höherer Bereich mit einer hohen Ätzgrubendichte behaftet ist.



**Abbildung 44:** Ätzgrubendichtekarte eines Klasse F Wafers aus dem Mittelbereich der THM\_2 Säule bei einer Kristallhöhe von 80mm.



**Abbildung 45:** Ätzgrubendichtekarte eines Klasse G Wafers aus dem Mittelbereich der THM\_1 Säule bei einer Kristallhöhe von 80mm.

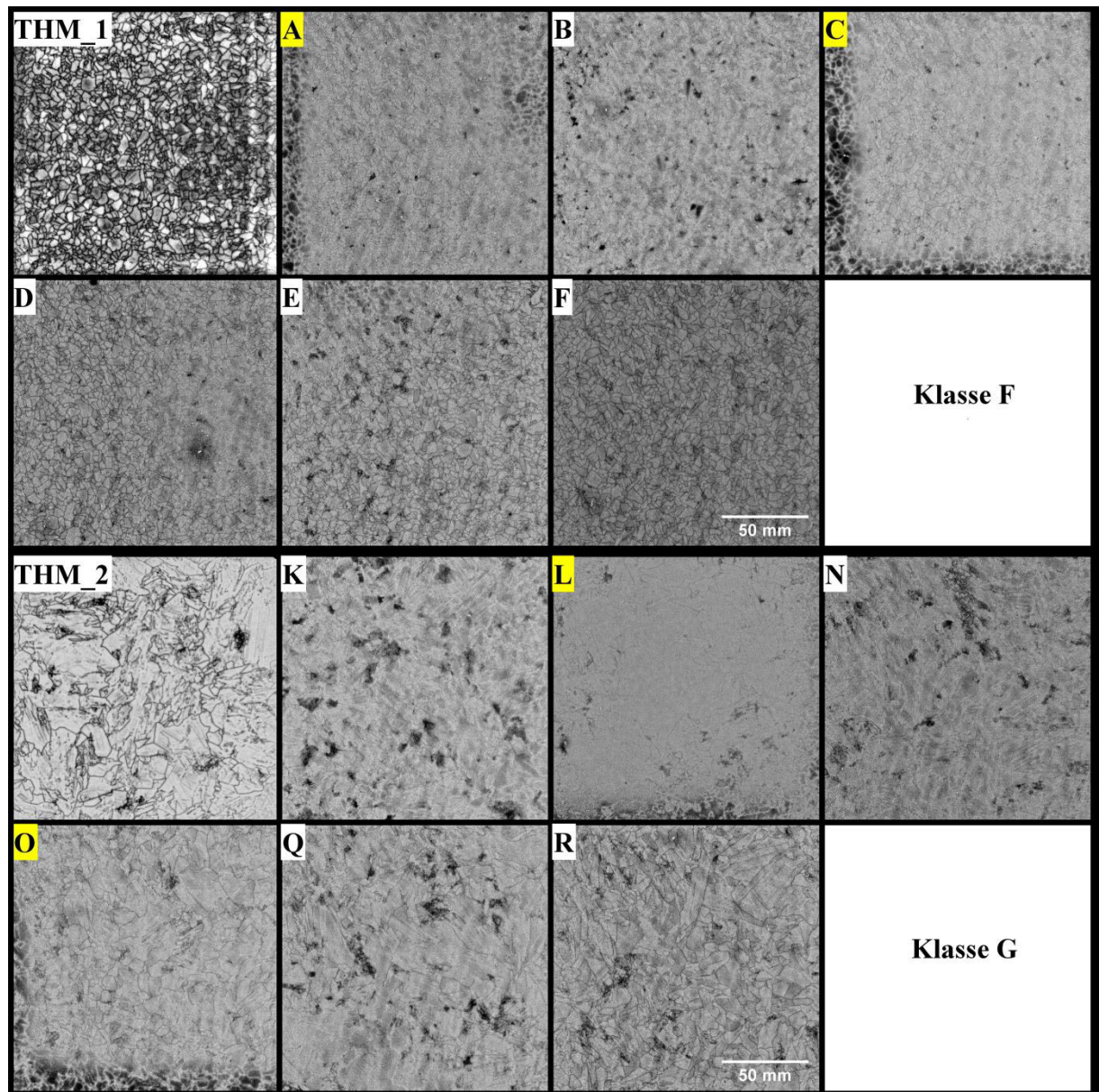
**Tabelle 18:** Statistische Auswertung der Ätzgrubendichten größer  $3 \times 10^5$  Ätzgruben/ $\text{cm}^2$ . Ein Cluster wurde als solches erkannt, wenn in der Versetzungsdichtekarte mindestens 70 Pixel größer  $3 \times 10^5$  zusammenhängen, was einer Fläche von  $1 \text{ mm}^2$  entspricht. Für die Berechnung des Flächenanteils wurde jede Ätzgrubendichte größer  $3 \times 10^5$  Ätzgruben/ $\text{cm}^2$  mit berücksichtigt.

	Säule	Clusteranzahl	mittlere Clustergröße [ $\text{mm}^2$ ]	Flächenanteil [ % ]
Klasse F	THM_1	250	4,9	7
Klasse G	THM_2	214	24,5	23



## 5.5 Rekombinationsaktiver Flächenanteil

Für die Bestimmung des rekombinationsaktiven Flächenanteils aller Säulen wurden diese mittels der in Abschnitt 3.4 beschriebenen Photolumineszenzmethode PL untersucht. In Abbildung 44 sind die PL-Bilder der bodennahen Wafer abgebildet.



**Abbildung 44:** PL-Bilder der bodennahen Wafer. Säule A, C, L und O zeigen einen Red-Zone-Bereich und sind somit Randsäulen.

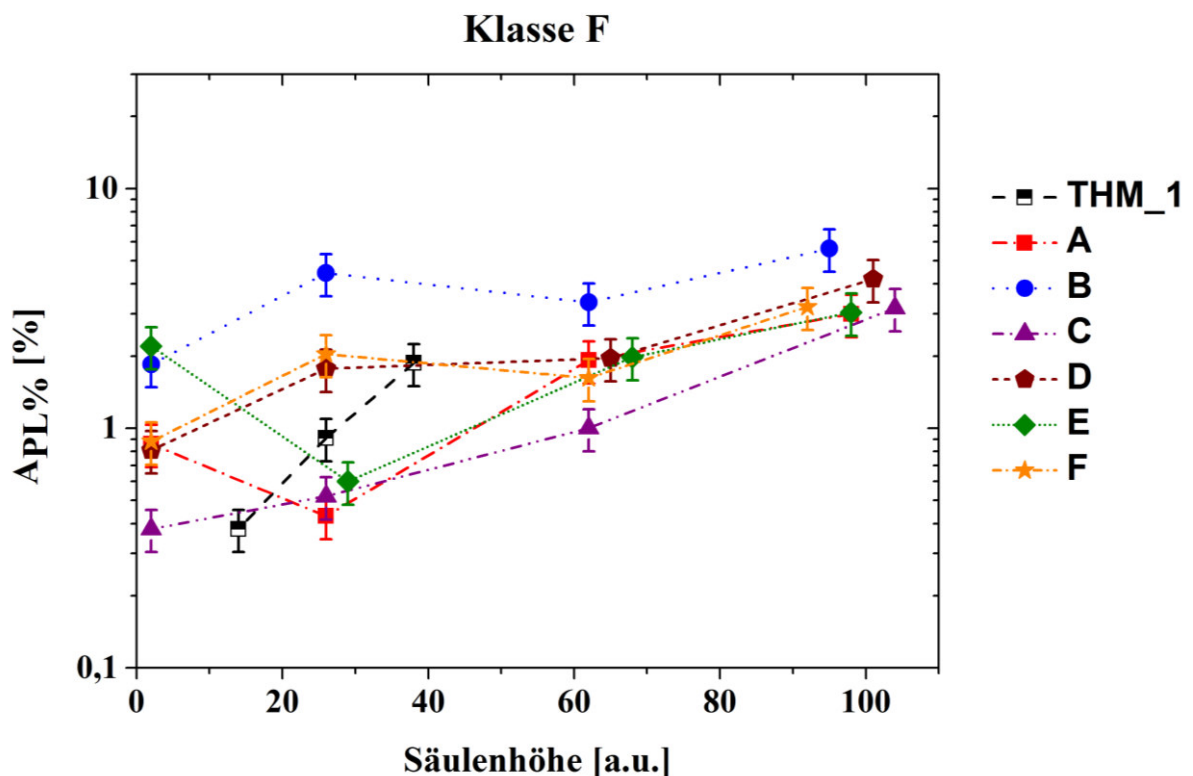


Es ist zu erkennen, dass die Säulen A, C, L und O aus dem Randbereich eines Blockes stammen. Für die Interpretation der Ergebnisse wurde diese Information zunächst nicht mit berücksichtigt, da die Säulen keine Auffälligkeiten in der Korngrößen-, Kornorientierungs- und Korngrenztypverteilung zeigten. Es sei an dieser Stelle darauf hingewiesen, dass Randsäulen stets einen verringerten Wirkungsgrad besitzen, der vor allem durch den vorhandenen Red-Zone-Bereich auf dem Wafer verursacht wird.

Im Abschnitt 5.5.1 wird zunächst die Entwicklung des rekombinationsaktiven Flächenanteils der Klasse F Säulen über die Kristallhöhe präsentiert, bevor im Abschnitt 5.5.2 die Ergebnisse der Klasse G Säulen gezeigt werden.

### 5.5.1 Klasse F Säulen

Die Entwicklung des rekombinationsaktiven Flächenanteils  $A_{PL\%}$  der Klasse F Säulen ist in Abbildung 45 dargestellt.



**Abbildung 45:** Entwicklung des mittels Photolumineszenzmethode bestimmten rekombinationsaktiven Flächenanteils  $A_{PL\%}$  der Klasse F Säulen.

Im bodennahen Bereich zeigen die Säulen A, C, D und F einen sehr geringen  $A_{PL\%}$  von weniger als einem Prozent, wohingegen Säule B und E bei ungefähr 2 % liegen. Über die Säulenhöhe sinkt  $A_{PL\%}$  von Säule E im ersten Drittel bis auf das Niveau von Säule A, C, D und F.

Anschließend steigt  $A_{PL\%}$  der fünf Säulen bis zum Kristallende nahezu linear auf ungefähr 3% an. Säule B besitzt dagegen über die gesamte Säulenhöhe einen um etwa 1% höheren  $A_{PL\%}$ .

Der  $A_{PL\%}$ -Wert der G1-Säule THM\_1 ist im direkten Vergleich zu den industriellen Säulen vergleichbar gering. Die Ursache der wenigen Datenpunkte liegt in der geringen Blockhöhe des THM\_1-Kristalls und dem verwendeten Schnittplan, so dass  $A_{PL\%}$  letztendlich nur über eine Blockhöhe von 40mm bestimmt werden konnte.

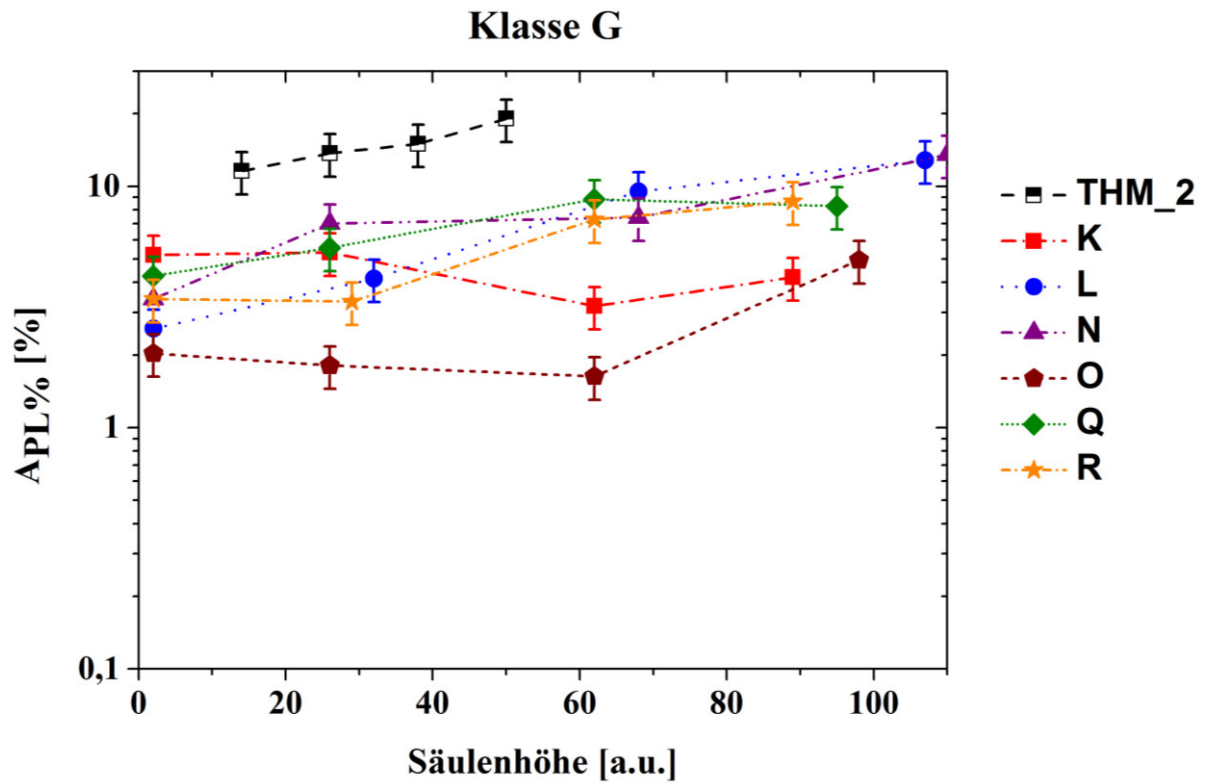
In Tabelle 19 sind die absoluten Werte des rekombinationsaktiven Flächenanteils  $A_{PL\%}$  der boden- und kappennahen Wafer zusammengefasst sowie die absolute und relative Entwicklung vom Boden zur Kappe berechnet. Dabei zeigen die Säulen THM\_1, C und D aufgrund des sehr geringen  $A_{PL\%}$ -Wertes in Bodennähe, die stärkste relative Zunahme von  $A_{PL\%}$  um 375%, 700% beziehungsweise 400%. Wird der hohe  $A_{PL\%}$  von Säule E in Bodennähe vernachlässigt, zeigen alle anderen Säulen eine vergleichbare relative Zunahme von  $A_{PL\%}$  um ungefähr 200%.

**Tabelle 19:** Rekombinationsaktiver Flächenanteil  $A_{PL\%}$  der boden- und kappennahen Wafer der Klasse F Säulen, sowie die absolute und relative Entwicklung von  $A_{PL\%}$ .

Säule	$A_{PL\%}$ [ % ]		$\Delta$ (Kappe-Boden)	
	Bodennahe Wafer	Kappennahe Wafer	Absolut [ % ]	Relativ [ % ]
THM_1	0,4±0,1	1,9±0,4	1,5	375
A	0,9±0,2	3±0,6	2,1	233
B	1,9±0,4	5,6±1,1	3,7	195
C	0,4±0,1	3,2±0,6	2,8	700
D	0,8±0,2	4,2±0,8	3,4	425
E	2,2±0,4	3,0±0,6	0,8	36
F	0,9±0,2	3,2±0,6	2,3	256

### 5.5.2 Klasse G Säulen

Nachdem gezeigt werden konnte, dass alle Klasse F Säulen einen sehr geringen rekombinationsaktiven Flächenanteil  $A_{PL\%}$  von etwa 2-3% besitzen und dieser vor allem im Kappenbereich zwischen allen industriellen Säulen, mit Ausnahme von Säule B, vergleichbar ist, sind in Abbildung 46 die Ergebnisse der Klasse G Säulen abgebildet.



**Abbildung 46:** Entwicklung des mittels Photolumineszenzmethode bestimmten rekombinationsaktiven Flächenanteils  $A_{PL\%}$  der Klasse G Säulen.

Alle industriellen Klasse G Säulen besitzen bereits bei den bodennahen Wafern einen  $A_{PL\%}$  zwischen 2 % und 6 %. Mit Ausnahme von Säule K nimmt der  $A_{PL\%}$ -Wert bei allen anderen Säulen vom Boden zur Kappe zu. Durch unterschiedlich starke Entwicklungen von  $A_{PL\%}$  vom Boden zur Kappe schwanken die Werte der kappennahen Wafer mit Werten zwischen 4 % und 14 % im Vergleich zum Boden noch deutlicher. Die Säulen K und O besitzen dabei mit einem kappennahen  $A_{PL\%}$  zwischen 4 % und 5 % vergleichbar geringe Werte, so wie sie auch bei den Klasse F Säulen detektiert wurden. Die Säulen Q und R zeigen im Bezug zu der Säule O aber auch zu den Klasse F Säulen A, B, E und F eine vergleichbare relative Zunahme von  $A_{PL\%}$  um ungefähr 150 %. Aufgrund des höheren bodennahen  $A_{PL\%}$ , liegt bei Säule Q und R der  $A_{PL\%}$  in Kappennähe allerdings bei ungefähr 8 %. Die Säulen L und N besitzen innerhalb der Klasse G Säulen die stärkste relative Zunahme von  $A_{PL\%}$  und die höchsten Werte von 13 % beziehungsweise 14 % im kappennahen Bereich.

Die Säule THM\_2 zeigt bereits im bodennahen Bereich mit ungefähr 12 % einen deutlich höheren  $A_{PL\%}$  als die restlichen industriellen Klasse G Säulen, welcher zur Kappe hin auf 19 % ansteigt.

**Tabelle 20:** Rekombinationsaktiver Flächenanteil  $A_{PL\%}$  der boden- und kappennahen Wafer der Klasse G Säulen, sowie die absolute und relative Entwicklung von  $A_{PL\%}$ .

Säule	$A_{PL\%}$ [ % ]		$\Delta$ (Kappe-Boden)	
	Bodennahe Wafer	Kappennahe Wafer	Absolut	Relativ [ % ]
THM_2	11,6±2,3	19,1±3,8	7,5	65
K	5,2±1,0	4,2±0,8	-1	-19
L	2,6±0,5	12,8±2,6	10,2	392
N	3,4±0,7	13,5±2,7	10,1	297
O	2,0±0,4	4,9±1,0	2,9	145
Q	4,3±0,9	8,3±1,7	4	93
R	3,4±0,7	8,7±1,7	5,3	156

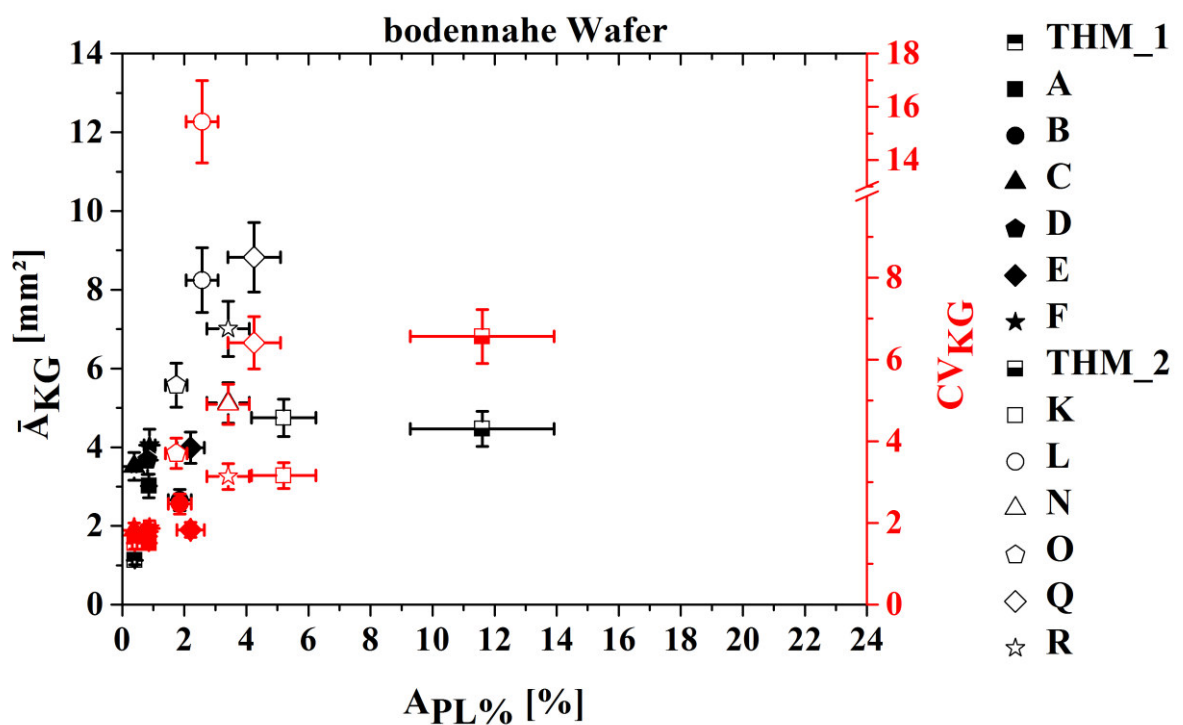
Die Klasse G Säulen besitzen mit Ausnahme von Säule O einen höheren  $A_{PL\%}$ -Wert als die Klasse F Säulen. Die Säule O besitzt über die gesamte Säulenhöhe einen zur Klasse F vergleichbaren  $A_{PL\%}$ -Wert. Es ist ebenfalls auffällig, dass der  $A_{PL\%}$ -Wert innerhalb der industriellen Klasse G Säulen vor allem im Kappenbereich zwischen 4% und 19% sehr stark schwanken kann, während innerhalb der Klasse F Säulen nur Unterschiede zwischen 2% und 6% vorhanden sind. Neben den deutlichen Unterschieden in der Kornstruktur beider Klassen existieren somit auch deutliche Unterschiede in der Verteilung des rekombinationsaktiven Flächenanteils. Es deutet demnach bereits einiges darauf hin, dass die Kornstruktur einen Einfluss auf den elektrisch aktiven Flächenanteil hat.

## 5.6 Korrelation der Ergebnisse

Für eine bessere Darstellung des Zusammenhangs zwischen der Kornstruktur und des rekombinationsaktiven Flächenanteils der untersuchten Säulen werden in den folgenden Abschnitten die zuvor präsentierten Ergebnisse der Korngrößen-, Kornorientierungs-, Korngrößen- und der Ätzgrubendichtebestimmung direkt mit dem elektrisch aktiven Flächenanteil korreliert.

### 5.6.1 Mittlere Korngröße und Variationskoeffizient vs. rekombinationsaktiver Flächenanteil

In Abbildung 47 wurde zunächst der rekombinationsaktive Flächenanteil  $A_{PL\%}$  über die mittlere Korngröße  $\bar{A}_{KG}$  und dem Variationskoeffizienten der Korngrößenverteilung  $CV_{KG}$  der bodennahen Wafer aufgetragen. Die geschlossenen Symbole stellen dabei die Klasse F Säulen dar, während die offenen Symbole die Klasse G Säulen repräsentieren.



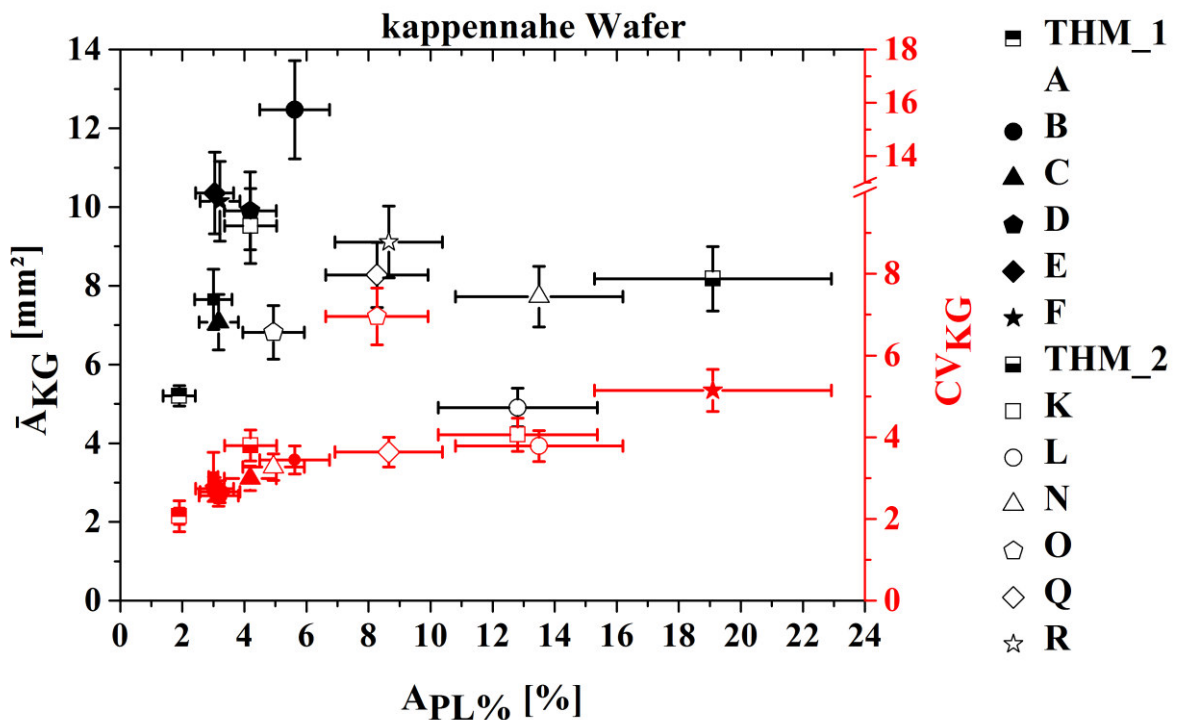
**Abbildung 47:** Korrelation der mittleren Korngröße  $\bar{A}_{KG}$  und des Variationskoeffizienten  $CV_{KG}$  mit dem rekombinationsaktiven Flächenanteil  $A_{PL\%}$  der bodennahen Klasse F und Klasse G Wafer.

Es ist offensichtlich, dass die Klasse F Säulen mit einer mittleren Korngröße zwischen 2 mm<sup>2</sup> und 4 mm<sup>2</sup> und einem  $CV_{KG}$  zwischen 1 und 2 einen rekombinationsaktiven Flächenanteil kleiner 2% besitzen. Die Streuung der Datenpunkte ist für die Klasse F Säulen im Vergleich zu den Klasse G Säulen deutlich geringer. Hier schwanken die mittleren Korngrößen zwischen 4 mm<sup>2</sup> und 9 mm<sup>2</sup>, der  $CV_{KG}$  zwischen 3 und 15 sowie der rekombinationsaktive Flächenanteil zwischen 2% und 12%.

Für die Korrelation des rekombinationsaktiven Flächenanteils mit der mittleren Korngröße und dem Variationskoeffizienten kann folgende Schlussfolgerung getroffen werden: Eine mittlere Korngröße kleiner 4 mm<sup>2</sup> und ein Variationskoeffizient kleiner 2 scheinen mit Ausnahme von Säule E immer zu sehr geringen bodennahen Defektanteilen von kleiner 1% zu

führen. Sobald die Kriterien nicht mehr erfüllt sind, kann es trotz stark unterschiedlicher mittlerer Korngrößen und Variationskoeffizienten, wie sie beispielsweise Säule L, R und N zeigen, zu sehr ähnlichen rekombinationsaktiven Flächenanteilen kommen. Es ist ebenso möglich, dass eine Klasse G Säule wie beispielsweise O einen zu den Klasse F Säulen vergleichbar geringen rekombinationsaktiven Flächenanteil aufweisen kann.

Abbildung 48 zeigt den Einfluss der mittleren Korngröße  $\bar{A}_{KG}$  und des Variationskoeffizienten der Korngrößenverteilung  $CV_{KG}$  auf den rekombinationsaktiven Flächenanteil  $A_{PL\%}$  für die kappennahen Wafer aller Klasse F und Klasse G Säulen.



**Abbildung 48:** Korrelation der mittleren Korngröße  $\bar{A}_{KG}$  und des Variationskoeffizienten  $CV_{KG}$  mit dem rekombinationsaktiven Flächenanteil  $A_{PL\%}$  der kappennahen Klasse F und Klasse G Wafer.

Die kontinuierliche Zunahme der mittleren Korngröße der Klasse F Säulen führt dazu, dass die Klasse F Säulen im Kappenbereich im Mittel eine höhere mittlere Korngröße als die Klasse G Säulen besitzen. Der  $CV_{KG}$ -Wert der Klasse F Säulen liegt zwischen 2 und 3. Er ist damit im Mittel geringer als der  $CV_{KG}$ -Wert der Klasse G Säulen.

Im Gegensatz zu den bodennahen Wafern streuen die mittleren Korngrößen der Klasse F Säulen im Kappenbereich ( $\Delta\bar{A}_{KG} = 8 \text{ mm}^2$ ) im Vergleich zu den Klasse G Säulen ( $\Delta\bar{A}_{KG} = 4 \text{ mm}^2$ ) deutlich stärker, während der  $CV_{KG}$  bei den Klasse F Säulen noch etwas kleiner und die Korngrößenverteilung somit einheitlicher ist. Trotz starker Schwankungen der

mittleren Korngröße zwischen 5 mm<sup>2</sup> und 13 mm<sup>2</sup> innerhalb der Klasse F Säulen im Kappenbereich besitzen die Säulen sehr vergleichbare rekombinationsaktive Flächenanteile zwischen 2% und 6%, welche in der Regel geringer als die der Klasse G Säulen sind. Dazu kommt die Beobachtung, dass der rekombinationsaktive Flächenanteil innerhalb der Klasse G Säulen mit Werten zwischen 4% und 19% extrem stark schwankt, obwohl die mittlere Korngröße nur zwischen 5 mm<sup>2</sup> und 10 mm<sup>2</sup> schwanken.

Allgemein konnte keine direkte Korrelation zwischen der mittleren Korngröße  $\bar{A}_{KG}$  beziehungsweise des Variationskoeffizienten  $CV_{KG}$  und dem rekombinationsaktiven Flächenanteil  $A_{PL\%}$  gefunden werden. Es scheint jedoch so, als ob sich eine bodennahe mittlere Korngröße kleiner 4 mm<sup>2</sup> sowie ein Variationskoeffizient kleiner 2 positiv auf den rekombinationsaktiven Flächenanteil der gesamten Säule auswirkt und die folgende Entwicklung der mittleren Korngröße keinen direkten Einfluss auf den rekombinationsaktiven Flächenanteil besitzt. Säule O zeigt jedoch, dass auch eine uneinheitlich verteilte ( $CV_{KG} = 3,7$ ) bodennahe grobkörnige ( $\bar{A}_{KG} = 5,6$  mm<sup>2</sup>) Kornstruktur über die gesamte Säulenhöhe zu sehr geringen rekombinationsaktiven Flächenanteilen führen kann. Neben der Korngrößenverteilung, die vor allem initial einen Einfluss zu haben scheint, existieren demnach noch weitere Parameter, die den rekombinationsaktiven Flächenanteil beeinflussen.

### 5.6.2 *Korngrenztyplängenanteil vs. rekombinationsaktiver Flächenanteil*

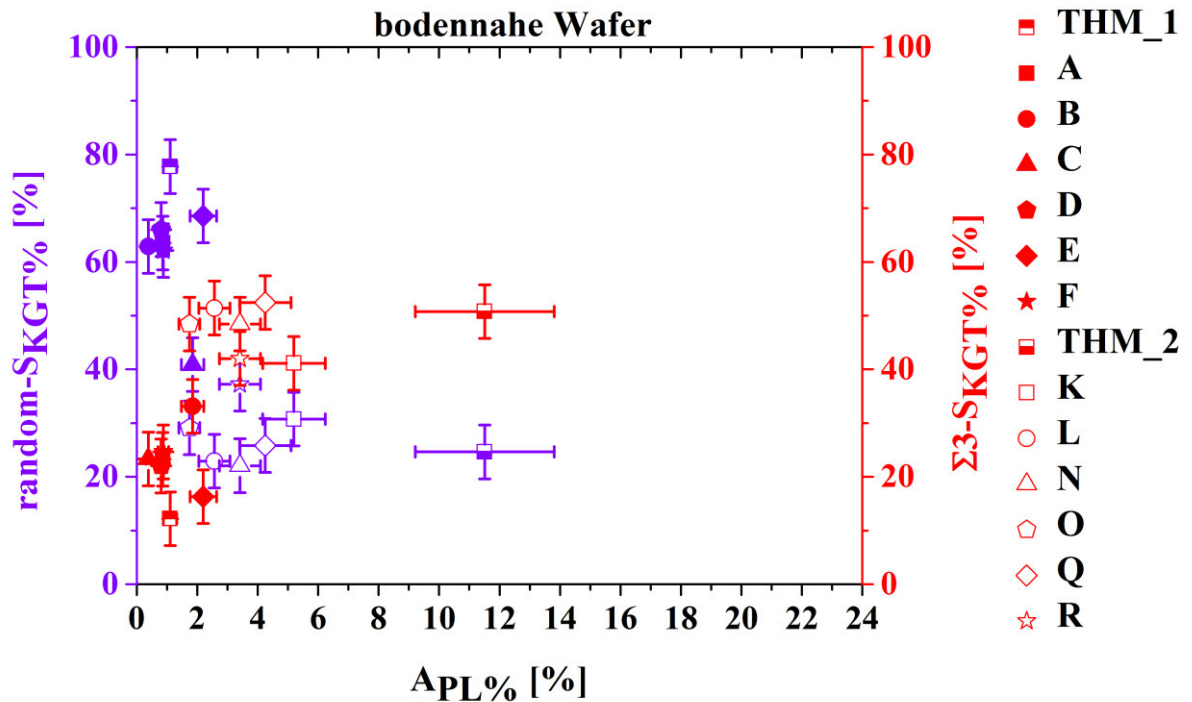
Für die Korrelation der Korngrenztyplängenanteile mit dem rekombinationsaktiven Flächenanteil, wurde für die bodennahen (Abbildung 49) und kappennahen (Abbildung 50) Wafer der random- sowie  $\sum 3$ -Korngrenztyplängenanteil  $S_{KGT\%}$  über die rekombinationsaktiven Flächenanteile  $A_{PL\%}$  aufgetragen.

Anhand der bodennahen Wafer ist deutlich zu erkennen, dass die Wafer mit einem random- $S_{KGT\%}$  von über 60% und einem  $\sum 3$ - $S_{KGT\%}$  von unter 30% einen sehr geringen  $A_{PL\%}$  von ~1% aufweisen, wobei die Säule E mit ~2% einen leicht erhöhten  $A_{PL\%}$ -Wert besitzt.

Bei genauerer Betrachtung der Ergebnisse wird allerdings auch deutlich, dass auch zwischen dem  $S_{KGT\%}$  und  $A_{PL\%}$  keine direkte Korrelation möglich ist. Es kann demnach nicht immer gesagt werden, je geringer der random- $S_{KGT\%}$  und je höher der  $\sum 3$ - $S_{KGT\%}$  ist, desto höher ist der  $A_{PL\%}$ -Wert. Dies wird an den Wafern innerhalb der Klasse F deutlich, bei denen von den industriellen Säulen die Säule E den höchsten random- $S_{KGT\%}$ -Wert aber auch den höchsten  $A_{PL\%}$ -Wert besitzt. Zum anderen ist dies auch bei den Klasse G Wafern ersichtlich, die sehr

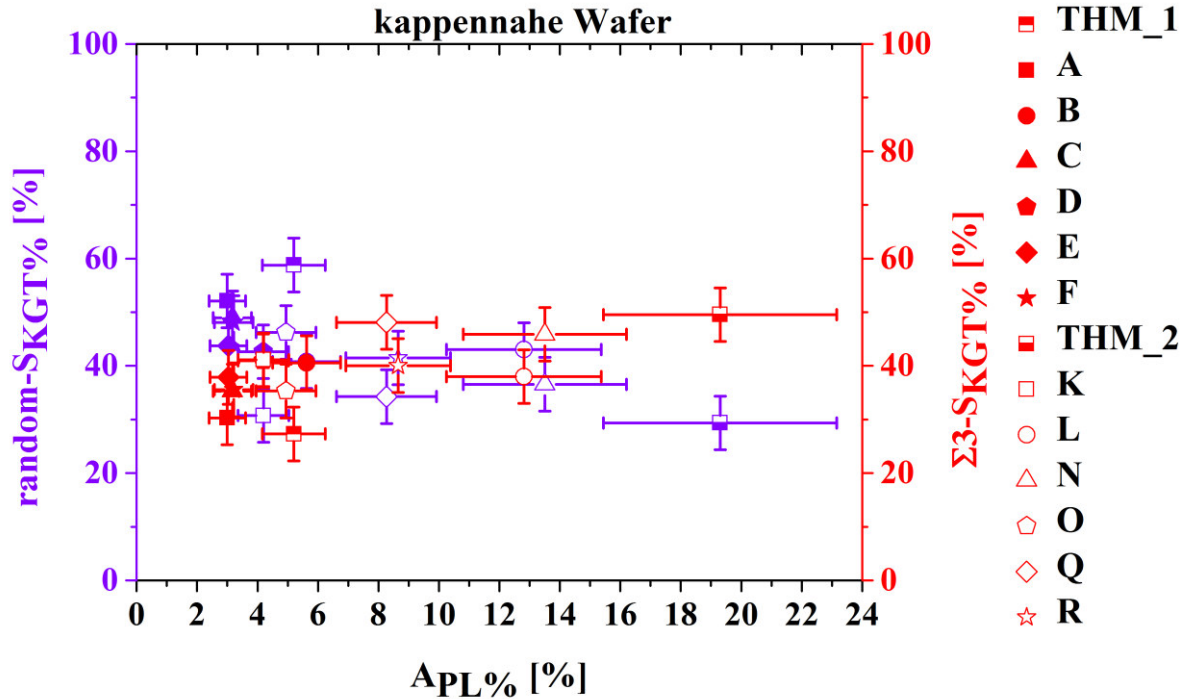


vergleichbare  $\sum 3$ -S<sub>KGT</sub>%-Werte aufweisen aber trotzdem extrem in ihren A<sub>PL</sub>%-Werten schwanken.



**Abbildung 49:** Korrelation der random- und  $\sum 3$ -Korngrenztypplängenanteile  $S_{KGT}\%$  mit dem rekombinationsaktiven Flächenanteil  $A_{PL}\%$  der bodennahen Klasse F und Klasse G Wafer.

Bei der Auftragung des  $random-S_{KGT}\%$  und des  $\sum 3-S_{KGT}\%$  über  $A_{PL}\%$  (Abbildung 50) der kappennahen Wafer ist sehr deutlich zu erkennen, dass sich die  $S_{KGT}\%$ -Werte der random- und  $\sum 3$ -Korngrenzen zwischen den Klassen nur noch geringfügig unterscheiden. Dies führt letztendlich dazu, dass beispielsweise die Klasse F Säulen D und E vergleichbare random- und  $\sum 3-S_{KGT}\%$ -Werte wie die Klasse G Säulen R und L besitzen. Jedoch liegt der  $A_{PL}\%$ -Wert bei Säule R und L mit 9 % und 13 % deutlich über den Werten der Klasse F Säulen D und E von 4 % und 3 %. Die Ergebnisse der kappennahen Wafer bestätigen somit die bereits getroffene Aussage, dass keine direkte Korrelation zwischen  $S_{KGT}\%$  und  $A_{PL}\%$  möglich ist. Trotz allem ist deutlich zu erkennen, dass die Klasse F Säulen verglichen mit den Klasse G Säulen stets geringere  $A_{PL}\%$ -Werte besitzen und  $A_{PL}\%$ -Wert unabhängig von der Korngrenztypentwicklung kontinuierlich zunimmt. Dies deutet darauf hin, dass vor allem die initiale Korngrenztypverteilung einen Einfluss auf den  $A_{PL}\%$ -Wert in der gesamten Säule hat.



**Abbildung 50:** Korrelation der random- und  $\Sigma 3$ -Korngrenztyplängenanteile  $S_{KGT\%}$  mit dem rekombinationsaktiven Flächenanteil  $A_{PL\%}$  der kappennahen Klasse F und Klasse G Wafer.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass alle Säulen, die initial einen hohen random- $S_{KGT\%}$ -Wert von größer 60 % und einen niedrigen  $\Sigma 3$ - $S_{KGT\%}$ -Wert von kleiner 30 % besitzen, vom Boden bis zur Kappe einen  $A_{PL\%}$ -Wert von kleiner 4 % aufweisen. Säule O stellt erneut eine Ausnahme dar und demonstriert, dass auch ein geringer bodennaher random- $S_{KGT\%}$ -Wert von 30 % und ein hoher  $\Sigma 3$ - $S_{KGT\%}$ -Wert von 50 % zu sehr geringen  $A_{PL\%}$ -Werten von 2 % bis 5 % über die gesamte Säule führen kann. Dies bedeutet, dass neben der initialen Korngrößenverteilung und Korngrenztyplängenverteilung noch weitere Faktoren existieren, die den rekombinationsaktiven Flächenanteil beeinflussen.

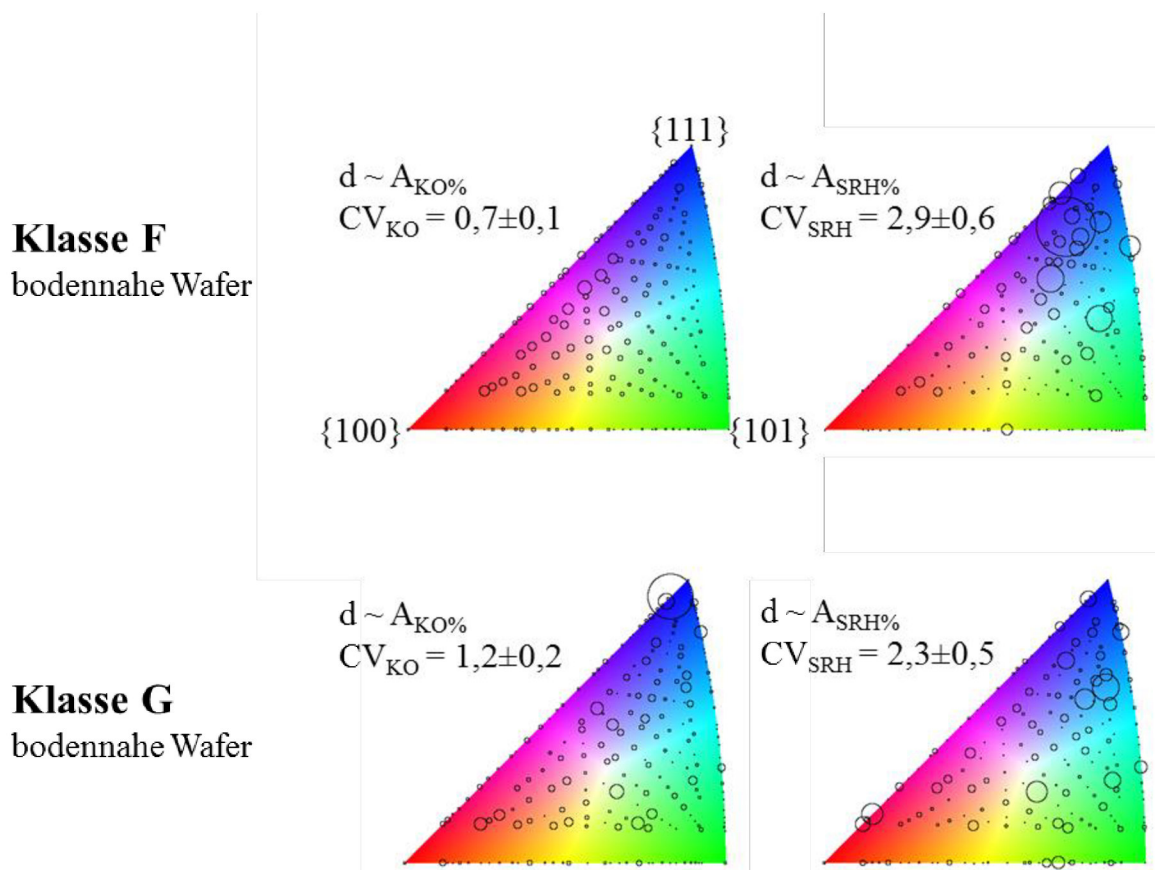
### 5.6.3 Kornorientierung vs. rekombinationsaktiver Flächenanteil

Eine Korrelation des rekombinationsaktiven Flächenanteils mit der Kornorientierung soll zeigen, ob eine gewisse Vorzugsorientierung für rekombinationsaktive Kristalldefekte existiert. Für die Darstellung wurde für die bodennahen und kappennahen Wafer jeder Klasse (ohne THM\_1 und THM\_2) ein Summenbild der Flächenanteile der rekombinationsaktiven Kristalldefekte  $A_{SRH\%}$  in Abhängigkeit von der Kornorientierung auf die IPF projiziert und

dieses mit dem IPF-Summenbild der flächenmäßigen Orientierungsverteilung  $A_{KO\%}$  verglichen.

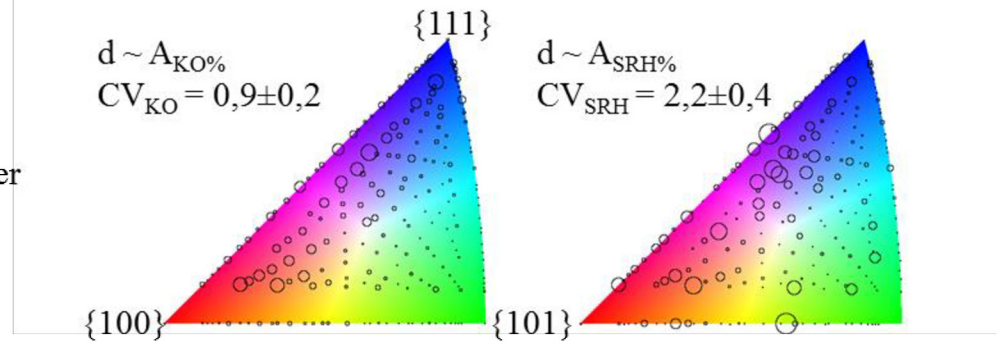
In Abbildung 51 sind auf der linken Seite die IPF-Summenbilder der flächenmäßigen Orientierungsverteilung für die bodennahen Klasse F und Klasse G Wafer dargestellt, während auf der rechten Seite die dazugehörigen IPF-Summenbilder der flächenmäßigen Verteilung der rekombinationsaktiven Kristalldefekte dargestellt sind. Bei einem direkten Vergleich zwischen den linken und rechten IPF-Summenbildern ist zu erkennen, dass prinzipiell in jeder Orientierung rekombinationsaktive Kristalldefekte vorzufinden sind. Es existiert jedoch ein erhöhter Flächenanteil an elektrisch aktiven Kristalldefekten in nah  $\{111\}$  orientierten Körnern. Dies ist zum Einen visuell und zum Anderen an dem um 2,2 beziehungsweise 1,1 erhöhten Variationskoeffizienten der rekombinationsaktiven Kristalldefekte  $CV_{SRH}$  erkennbar.

Die kappennahen Wafer aus Abbildung 52 zeigen eine ähnliche Tendenz, wobei sich die Lage der elektrisch aktiven Kristalldefekte etwas mehr in Richtung  $\{112\}$  orientierte Körner verschiebt.

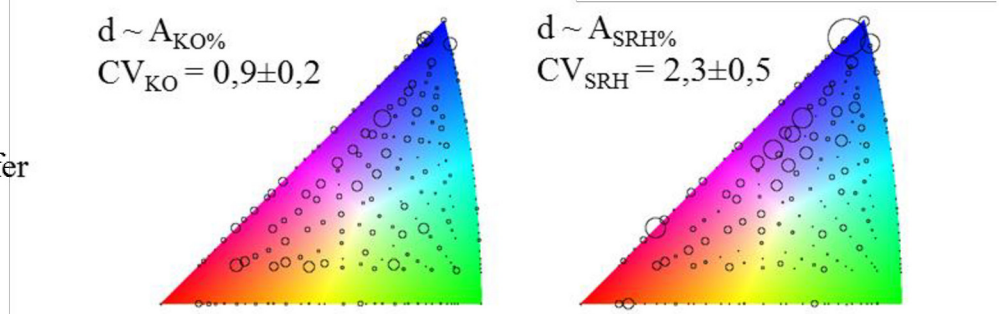


**Abbildung 51:** IPF-Summenbild aller untersuchten bodennahen Klasse F und Klasse G Wafer (ohne THM\_1 und THM\_2) der Flächenanteile der Kornorientierungen  $A_{KO\%}$  und der Flächenanteile der rekombinationsaktiven Kristalldefekte  $A_{SRH\%}$ . Die Zentren der Kreise entsprechen der Orientierung des Kornes/elektrisch aktiven Kristalldefektes und der Kreisdurchmesser  $d$  ist proportional zu  $A_{KO\%}$  beziehungsweise  $A_{SRH\%}$ .

### Klasse F kappennahe Wafer



### Klasse G kappennahe Wafer



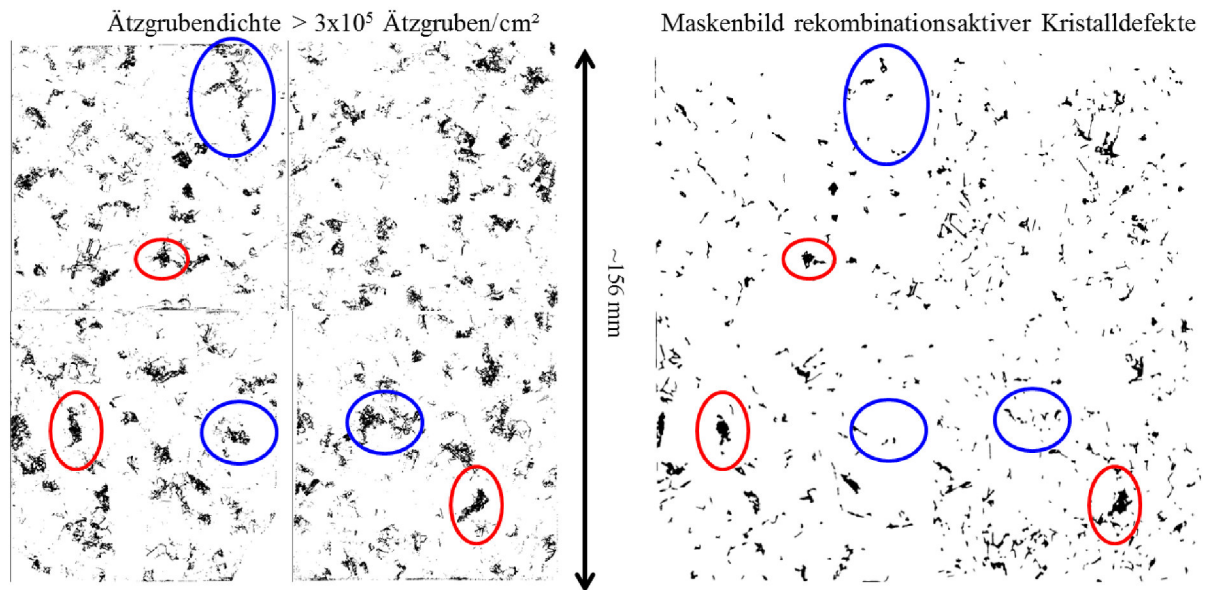
**Abbildung 52:** IPF-Summenbild aller untersuchten kappennahen Klasse F und Klasse G Wafer (ohne THM\_1 und THM\_2) der Flächenanteile der Kornorientierungen  $A_{KO}\%$  und der Flächenanteile der rekombinationsaktiven Kristalldefekte  $A_{SRH}\%$ . Die Zentren der Kreise entsprechen der Orientierung des Kornes/elektrisch aktiven Kristalldefektes und der Kreisdurchmesser  $d$  ist proportional zu  $A_{KO}\%$  beziehungsweise  $A_{SRH}\%$ .

Es scheint demnach so, als ob eine erhöhte Wahrscheinlichkeit für das Auftreten elektrisch aktiver Kristalldefekte in  $\{111\}/\{112\}$  nah orientierten Körnern gegeben ist.

#### 5.6.4 Ätzgrubendichte vs. rekombinationsaktiver Flächenanteil

Die Korrelation einer Ätzgrubendichtekarte mit dem Maskenbild der rekombinationsaktiven Kristalldefekte soll zeigen, welcher Anteil der einzelnen, kreisrunden Ätzgruben durch Verunreinigungen elektrisch aktiviert wurde und ob bei diesem Anteil ein Unterschied zwischen der typischen Klasse F Kornstruktur und der Klasse G Kornstruktur existiert. Zunächst werden in Abbildung 53 das Maskenbild der Ätzgrubendichtekarte (die schwarzen Pixel besitzen eine Ätzgrubendichte größer  $3 \times 10^5$  Ätzgruben/cm<sup>2</sup>) mit dem dazugehörigen Maskenbild der rekombinationsaktiven Kristalldefekte eines typischen Klasse F Wafers (THM\_1) verglichen.



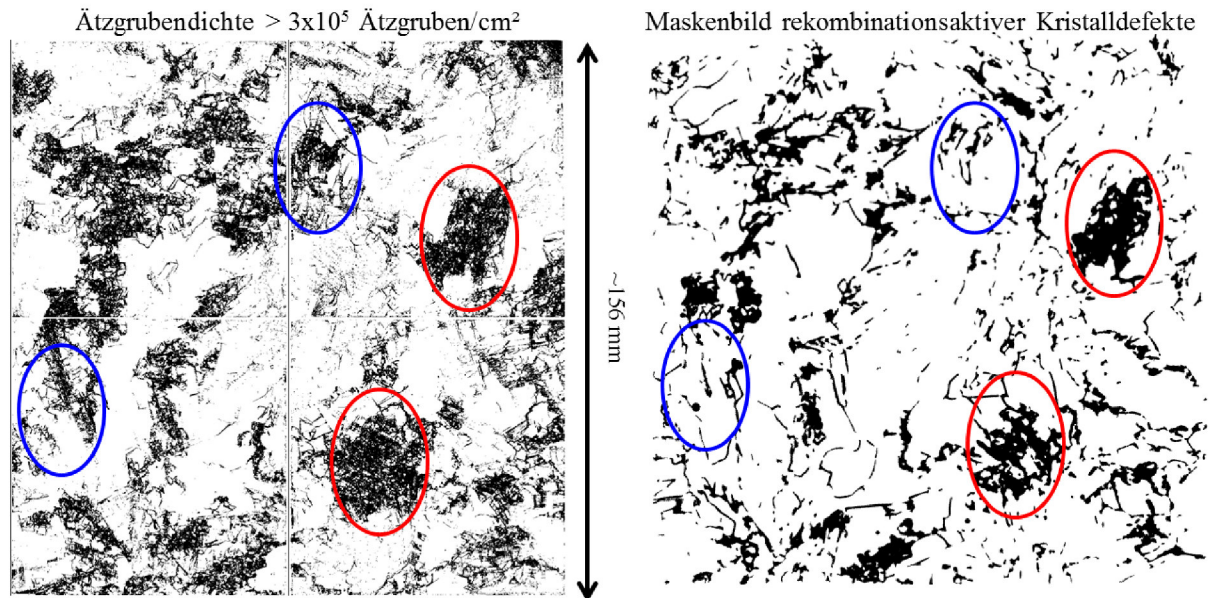


**Abbildung 53:** Vergleich des Maskenbildes der Ätzgrubendichtekarte eines Klasse F Wafers mit dem dazugehörigen Maskenbild der rekombinationsaktiven Kristalldefekte. Die schwarzen Pixel des Maskenbildes der Ätzgrubendichtekarte repräsentieren Gebiete mit einer Ätzgrubendichte größer  $3 \times 10^5$  Ätzgruben/cm<sup>2</sup>. Die roten Kreise stellen Ätzgruben reiche Gebiete mit einer hohen elektrischen Aktivität dar, während die blauen Kreise Ätzgruben reiche Gebiete mit einer niedrigen elektrischen Aktivität kennzeichnen.

Beim direkten visuellen Vergleich beider Bilder sind folgende Dinge festzustellen. Zum einen existieren Ätzgruben reiche Gebiete (rot markiert), welche eine sehr starke elektrische Aktivität zeigen und somit in ihrer Form fast 1:1 in beiden Bildern erkennbar sind. Neben diesen elektrisch sehr aktiven Gebieten sind auch Ätzgruben reiche Gebiete (blau markiert) vorhanden, welche gar keine, beziehungsweise eine nur sehr geringe elektrische Aktivität besitzen. Dies führt dazu, dass der Flächenanteil der Ätzgrubendichten größer  $3 \times 10^5$  Ätzgruben/cm<sup>2</sup> mit 6 % im Vergleich zu dem rekombinationsaktiven Flächenanteil von ungefähr 2 % um den Faktor 3 größer ist. Dieser Vergleich hängt natürlich auch stark von der Schwellwertsetzung ab und unterliegt damit einem Fehler. Trotz allem konnte nahezu jedem rekombinationsaktiven Kristalldefekt auch ein Pixel mit einer Ätzgrubendichte größer  $3 \times 10^5$  Ätzgruben/cm<sup>2</sup> zugeordnet werden. Aus diesem Grund wurde angenommen, dass nahezu 100 % der rekombinationsaktiven Kristalldefekte auf kontaminierte Einzelätzgruben und somit Versetzungen zurückzuführen sind. Dies bedeutet im Umkehrschluss, dass für die untersuchte Probe nur ungefähr 33 % der Versetzungen elektrisch aktiviert sind.

Der untersuchte Klasse G Wafer (THM\_2, Abbildung 54) zeigt ebenfalls Ätzgruben reiche Gebiete mit einer hohen (rot markiert) und sehr geringen elektrischen Aktivität (blau markiert). Der direkte Vergleich des Flächenanteils der Ätzgrubendichten größer  $3 \times 10^5$  Ätzgru-

ben/cm<sup>2</sup> und des rekombinationsaktiven Flächenanteils ergab bei dem untersuchten Klasse G Wafer, dass ungefähr 65 % der Versetzungen bei dem Klasse G Wafer elektrisch aktiviert sind.



**Abbildung 54:** Vergleich des Maskenbildes der Versetzungsdichte größer  $3 \times 10^5$  Versetzungen/cm<sup>2</sup> eines Klasse G Wafers mit dem dazugehörigen Maskenbild der elektrisch aktiven Defekte. Die Roten Kreise stellen Versetzungscluster mit einer hohen elektrischen Aktivität dar, während die blauen Kreise Versetzungscluster mit einer niedrigen elektrischen Aktivität kennzeichnen.

Beide Wafer zeigen, dass es Unterschiede zwischen den Ätzgruben reichen Gebieten und den rekombinationsaktiven Flächen gibt. Es existieren Ätzgruben reiche Gebiete, welche eine sehr hohe elektrische Aktivität aufweisen, und solche, welche eine nur sehr geringe elektrische Aktivität besitzen. Ein direkter Vergleich des Flächenanteils der Pixel mit einer Ätzgrubendichte größer  $3 \times 10^5$  Ätzgruben/cm<sup>2</sup> und dem rekombinationsaktiven Flächenanteils beider Wafer ergibt, dass bei dem Klasse F Wafer ungefähr 30 % weniger Ätzgruben elektrisch aktiviert sind als bei dem Klasse G Wafer.

## 6. Diskussion der Ergebnisse

In den folgenden Abschnitten werden die gezeigten Ergebnisse diskutiert und verschiedene Fragestellungen und Einflüsse gezielt beleuchtet.

### 6.1 Einfluss des Kristallzüchtungsprozesses auf die Korngrößen-, die Kornorientierungs- und Korngrenztypverteilung

Es konnte gezeigt werden, dass alle industriellen bodennahen Klasse F Wafer, mit Ausnahme von Säule B, eine sehr ähnliche Kornstruktur aufweisen. Diese ist durch eine mittlere Korngröße  $\bar{A}_{KG}$  zwischen 2,6  $\mu\text{m}^2$  und 4,1  $\mu\text{m}^2$ , eine einheitliche Korngrößenverteilung  $CV_{KG}$  zwischen 1,7 und 1,9 (siehe Abbildung 31), eine sehr homogene Orientierungsverteilung  $CV_{KO}$  zwischen 1,0 und 1,4 (siehe Abbildung 33), einen sehr hohen random-Korngrenztyplängenanteil  $S_{KGT\%}$  zwischen 62 % und 78 % und einen geringen  $\Sigma 3$ - $S_{KGT\%}$  von kleiner 30% (siehe Abbildung 39) charakterisiert.

Die ermittelten Korngrenztyplängenanteile passen sehr gut zu den bereits in der Literatur angegebenen Werten von ungefähr 70% [29, 30]. Die Tatsache, dass die Säulen von unterschiedlichen Herstellern stammen, sich aber in ihrer Kornstruktur kaum unterscheiden, ist ein Indiz dafür, dass die einheitliche Kornstruktur der Wafer zum Kristallisationsbeginn auf den Ankeimprozess zurückzuführen ist und die Kristallisationsparameter wie beispielsweise die Schmelzunterkühlung nur eine untergeordnete Rolle spielen.

Fußend auf der aktuellen Literatur [29, 30] wird eine derartige Kornstruktur durch das Ankeimen auf Si-Rohstoff hergestellt. Im Vergleich zu der herkömmlichen  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Beschichtung, auf der die Keimbildung normalerweise startet, besitzt das Silizium ein benetzendes Verhalten. Es erzeugt dadurch zwangsläufig eine sehr hohe Anzahl an heterogenen Keimbildungsstellen, die keine, beziehungsweise nur eine sehr geringe Unterkühlung der Schmelze erfordern. Das Resultat ist eine extrem einheitliche bodennahe Kornstruktur (Klasse F), die vor allem durch die vielen Keimbildungsstellen und die Mikrostruktur des Si-Rohstoffes geprägt ist [118]. Dies führt dazu, dass alle Klasse F Säulen mit Ausnahme von Säule B und unabhängig vom Hersteller eine sehr vergleichbare bodennahe Kornstruktur zeigen.



Aufgrund der Kornstruktur von Säule B, welche eine inhomogenere Orientierungsverteilung  $CV_{KO}$  von 1,5 (siehe Abbildung 33) aber vor allem einen deutlich geringeren random-Korngrenztyplängenanteil von 41 % (siehe Abbildung 39) aufweist, liegt die Vermutung nahe, dass diese nicht oder nur teilweise durch Ankeimen auf Si-Rohstoff hergestellt wurde.

Die extrem homogene Orientierungsverteilung der Klasse F Säulen zu Kristallisationsbeginn und die sehr hohe Gesamtkorngrenzlänge von 22.000 mm pro Wafer, wovon ungefähr 60% eine random-Korngrentypbeziehung aufweisen, bilden das perfekte Ausgangsgefüge für eine Kornaussortierung nach dem Prinzip der Oberflächen- und Korngrenzenergieminimierung.

Nach der Berechnung der Oberflächenenergien von Stekolnikov [119] (siehe Abbildung 5 und Tabelle 1) sollte es zu einer flächenmäßigen Abnahme der energetisch ungünstigen  $\{110\}$ -orientierten Körner ( $1,63 \text{ J/m}^2$ ) und zu einer Zunahme der energetisch günstigeren  $\{100\}$ -,  $\{111\}$ - und  $\{113\}$ -orientierten Körner ( $1,41 \text{ J/m}^2$ ,  $1,36 \text{ J/m}^2$  und  $1,40 \text{ J/m}^2$ ) führen. Genau diese Tendenz konnte bei der Kornorientierungsentwicklung aller Klasse F Säulen beobachtet werden. Es kam zu einer relativen flächenmäßigen Abnahme der  $\{110\}$  orientierten Körner von ungefähr 36 % (siehe Tabelle 14), während es zu einer Zunahme der Orientierungen entlang der  $\{100\}$ - $\{111\}$  Achse der IPF kommt (siehe Abbildung 34). Der ermittelte relative Anstieg betrug für  $\{100\}$  nah orientierte Körner im Mittel 17% und für  $\{111\}$  nah orientierte Körner im Mittel 55 % (siehe Tabelle 14).

Die Korngrenzenergieminimierung über die Kristallhöhe sollte nach Abbildung 9 zu einer Zunahme der energetisch günstigen Zwillingskorngrenzen und einer Abnahme der energetisch ungünstigeren random-Korngrenzen führen. Dies konnte bei den Klasse F Wafer (mit Ausnahme von Säule B) auch beobachtet werden. Dabei kam es im Mittel zu einer Abnahme der energetisch ungünstigen random-Korngrenztyplängenanteile um 18% und zu einer Zunahme der Korngrenztyplängenanteile der energetisch günstigen Zwillingskorngrenzen um 19% (siehe Abbildung 39 und 40). Diese Tendenzen konnten auch in der Literatur [30] mittels EBSD-Messungen beobachtet werden.

Das günstige energetische Verhalten der Orientierungen von  $\{100\}$  bis  $\{111\}$  der IPF beziehungsweise der  $\Sigma 3$ -Korngrenzen konnte auch indirekt an dem Verhältnis von Kornorientierungsflächenanteil / Korngrenztyplängenanteil zu Kornorientierungsmengenanteil / Korngrenztypmengenanteil beobachtet werden. Für die Kornorientierung wurde visuell aus Abbildung 35 und Abbildung 38 entnommen, dass die Flächenanteile für die Orientierungen zwischen  $\{100\}$  und  $\{111\}$  im Mittel höher sind als die Mengenanteile derselben Orientierungen, wobei die größten Unterschiede bei  $\{111\}$ -nah orientierten Körnern beobachtet wurden, die

auch die geringste Oberflächenenergie besitzen. Für die Korngrenztypen konnte direkt das Verhältnis aus Korngrenztyplängenanteil zu Korngrenztypmengenanteil berechnet werden. Dieses Verhältnis war bei den energetisch günstigen  $\Sigma 3$ -Korngrenzen stets größer 1, während es bei den energetisch ungünstigen random-Korngrenzen immer unterhalb von 1 lag (siehe Abbildung 41 und Tabelle 16 sowie 17). Beide Vergleiche zeigen, dass die größten Körner verhältnismäßig oft  $\{111\}$ -nah orientiert sind und in einem Zwillingsverhältnis erster Ordnung zueinander stehen.

Eine Folge der bodennahen Feinkörnigkeit und der Energieoptimierung des Gesamtsystems durch Zwillingsbildung ist die kontinuierliche Zunahme der mittleren Korngröße vom Boden zur Kappe, die bei allen Klasse F Säulen beobachtet wurde (siehe Abbildung 31). Es sei an dieser Stelle erwähnt, dass neben dem energetischen Gesichtspunkt noch weitere Einflussfaktoren auf das Kornwachstum vorhanden sind. Dies wäre beispielsweise die Form der Phasengrenze bei der Erstarrung [120], welche für die untersuchten Kristalle nicht bekannt war und somit in der vorliegenden Arbeit nicht berücksichtigt wurde.

Im Gegensatz zu den Klasse F Säulen, startet die Kristallisation der Klasse G Säulen auf einer nichtbenetzenden  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Beschichtung. Bei Unterschreiten der Schmelztemperatur wird das Silizium daher nicht sofort kristallisieren. Es ist eine Unterkühlung der Schmelze erforderlich. Bei ausreichend hoher Unterkühlung, die stets etwas schwanken kann, beginnt an einer nicht definierten Stelle am Tiegelboden die heterogene Keimbildung. In Abhängigkeit von der Schmelzunterkühlung ist das Resultat ein mehr oder weniger stark ausgeprägtes dendritisches Gefüge in Bodennähe [13]. Dieses Gefüge ist durch eine stark variierende inhomogene Korngrößenverteilungen  $\text{CV}_{\text{KG}}$  von 3,4 bis 15,4, eine mittlere Korngrößen  $\bar{A}_{\text{KG}}$  zwischen  $4,5 \text{ mm}^2$  und  $8,8 \text{ mm}^2$  (siehe Abbildung 32), eine sehr inhomogene Orientierungsverteilungen  $\text{CV}_{\text{KO}}$  zwischen 3,3 und 10,2 (siehe Abbildung 36) und einen sehr hohen  $\Sigma 3$ -Korngrenztyplängenanteil  $\text{S}_{\text{KGT}\%}$  zwischen 41 % und 55 % (siehe Abbildung 42) charakterisiert. Die inhomogene Orientierungsverteilung der Klasse G Säulen entsteht in den meisten Fällen durch einen flächenmäßigen Schwerpunkt  $\{111\}$ -orientierter Körner. Anders als bei den Klasse F Säulen ist das Korngefüge zu Kristallisationsbeginn nicht zufällig verteilt, sondern durch das dendritische Wachstum energetisch geprägt.

Die inhomogene Kornstruktur der Klasse G Säulen zu Kristallisationsbeginn und der damit vorhandene sehr hohe  $\{111\}$ -Flächenanteil sowie sehr hohe  $\Sigma 3$ -Korngrenztyplängenanteil führen dazu, dass das System beim weiteren Kristallwachstum diese Anteile nicht weiter erhöhen kann. Die flächenmäßige Entwicklung der Kornorientierungen folgt bei den Klasse G

Säulen keinem eindeutigen Trend (siehe Abbildung 37) und der Längenanteil an  $\Sigma 3$  und  $\Sigma 3^n$ -Korngrenzen nimmt über die Höhe sogar um 14 % ab, während der Längenanteil der random-Korngrenzen um 12 % zunimmt (siehe Tabelle 17). Dies spiegelt sich auch in der Korngrößenentwicklung wider (Abbildung 32), die anders als bei den Klasse F Säulen kein kontinuierliches Wachstum aufzeigt. Die Entwicklung des Klasse G Korngefüges ist demnach nicht wie die Klasse F Säulen durch die Minimierung der Oberflächen- und Korngrenzenergie getrieben. Eine solche energetisch ungünstige Entwicklung ist prinzipiell nur dann möglich, wenn an einer anderen Stelle eine Energiereduzierung stattfindet. Die Ergebnisse dieser Arbeit lassen diesbezüglich keine eindeutige Aussage zu aber eine mögliche Hypothese wäre eine Energiereduzierung des Gesamtsystems durch die Bildung von Versetzungen. Diese wurden auch vermehrt in den Klasse G Säulen gefunden (siehe Abbildung 45).

Unter der Annahme, dass man bei der Betrachtung einer industriellen Säule im Falle einer G5 Kokille nur 4% des kompletten Blockes betrachtet, wurde ein Summenbild für die Orientierungsverteilung der boden-, und kappennahen Klasse F und Klasse G Wafer erzeugt (siehe Abbildung 38), um den statistischen Einfluss auf die Orientierungsverteilung beider Klassen zu minimieren. Es ist sehr interessant, dass sich jetzt die Orientierungsverteilungen beider Klassen zum Kristallisationsende sehr ähneln. Dasselbe gilt auch für die Korngrenztypverteilung (Abbildung 40 und 43), die sich zum Kristallisationsende nur noch um 5 % voneinander unterscheiden. Es existiert demnach eine Kornorientierungs- und Korngrenztypverteilung, die beide Klassen unabhängig vom initialen Ausgangsgefüge bestrebt sind, zu erreichen. Diese ist charakterisiert durch einen hohen Flächenanteil der Orientierungen entlang der  $\{100\}$ - $\{111\}$  Achse der IPF und einen  $\Sigma 3$ - sowie random-Korngrenztypflächenanteil von jeweils ungefähr 40%.

### 6.2 Einfluss der Kornstruktur auf den elektrisch aktiven Defektanteil

In Abschnitt 5.6.4 wurde durch die Korrelation einer Ätzgrubendichtekarte mit dem rekombinationsaktiven Flächenanteil gezeigt, dass an nahezu 100 % der elektrisch aktiven Kristalldefekte eine erhöhte Ätzgrubendichte von größer  $3 \times 10^5$  Ätzgruben/cm<sup>2</sup> gefunden werden konnte. Es ist natürlich auch möglich, dass andere kristallographische Kristalldefekte wie beispielsweise Ausscheidungen eine elektrische Aktivität besitzen, die prinzipiell mittels der PL-Messmethode detektiert werden können. In der folgenden Diskussion werden aufgrund der Beobachtungen jedoch nur die kreisrunden Ätzgruben, die direkt mit Versetzungen korrelieren

ren, mit einbezogen und repräsentieren somit die rekombinationsaktiven Kristalldefekte in dieser Arbeit.

Unter der Annahme, dass Versetzungen an Korngrenzen entstehen [100, 101], könnte davon ausgegangen werden, dass innerhalb der Klasse F Säulen mehr Versetzungen generiert werden. Aus den Ergebnissen der Ätzgrubendichtebestimmung (Abschnitten 5.4) und der Bestimmung des rekombinationsaktiven Flächenanteils (Abschnitt 5.5) kann diesbezüglich keine eindeutige Aussage getroffen werden. Es ist aber deutlich zu beobachten, dass der Versetzungsanteil der Klasse F Säulen in der Regel immer geringer ist als der der Klasse G Säulen. In der Literatur [28, 102] existieren bereits einige Erklärungsansätze, die sich mit der Generation, Bewegung und Annihilation von Versetzungen beschäftigen und dadurch den verringerten Versetzungsanteil der Klasse F Säulen erklären. In den folgenden Abschnitten werden diese Ansätze aufgegriffen, unter Nutzung der Ergebnisse diskutiert und gewertet.

Für eine Reduzierung der Versetzungsgeneration sind zwei Ansätze vorhanden. Stokan [102] behauptet, dass random-Korngrenzen bei sehr hohen Temperaturen während der Züchtung einen amorphen Charakter besitzen. Eine solche amorphe Korngrenze soll im besonders hohen Maße auftretende Spannungen durch Gleitbewegungen abbauen können und somit zu einer reduzierten Versetzungsbildung führen. Ein anderer Ansatz beschäftigt sich mit der Homogenität der Korngrößenverteilung. Dabei wird davon ausgegangen, dass eine extrem hohe einheitliche Feinkörnigkeit die Konzentration von Spannungen, wie sie bei uneinheitlichen Korngrößenverteilungen durch das „Drücken“ von großen auf kleinere Körner vorhanden sind, verhindert [28]. Die so reduzierte Spannung soll ebenfalls zu einer verringerten Versetzungsgeneration führen.

Die Klasse F Säulen besitzen im Gegensatz zu den Klasse G Säulen zum Kristallisationsbeginn eine sehr einheitliche feinkörnige Korngrößenverteilung sowie einen erhöhten random-Korngrenztyplängenanteil. Wenn beide Punkte einen signifikanten Einfluss auf die Bildung von Versetzungen haben, wäre davon auszugehen, dass innerhalb der Klasse F Säulen eine deutlich verringerte Anzahl an Versetzungsclustern detektiert wird. Die Ergebnisse (Abbildung 44, 45 und 46) deuten allerdings darauf hin, dass zwischen den beiden Klassen kein signifikanter Unterschied in der Versetzungsclusteranzahl vorhanden ist. Die quantitative Auswertung der Ätzgrubendichte (Tabelle 18) deutet sogar darauf hin, dass innerhalb der Klasse F Säulen eine erhöhte Anzahl an Versetzungsclustern vorhanden ist. Die beiden Ansätze aus der Literatur konnten demnach nicht bestätigt werden. Es existiert derzeit auch kein experimenteller Nachweis, dass amorphe Korngrenzen im mc-Silizium vorhanden sind. Hinzu

kommt die Tatsache, dass ein Gleitvorgang einer ganzen Korngrenze aus energetischer Sicht schwer vorstellbar ist. In jedem Fall ist die Reduzierung der Versetzungsgeneration nicht die Wesentliche Ursache für den verringerten rekombinationsaktiven Flächenanteil der Klasse F Säulen im Vergleich zu den Klasse G Säulen.

Unter der Annahme, dass innerhalb der Klasse F Säulen sogar eine erhöhte Anzahl an Versetzungsclustern existieren, muss das Klasse F Korngefüge die Bewegung und Ausbreitung der Versetzungen effektiv verhindern, um eine im Vergleich zu den Klasse G Säulen verringerte flächenhafte Ausdehnung der Versetzungen zu erhalten. Werden jetzt nochmals die Korngefüge beider Klassen zu Kristallisationsbeginn miteinander verglichen, so wird deutlich, dass das Klasse F Korngefüge durch die homogene Feinkörnigkeit mit einem  $CV_{KG}$  kleiner 2, einer mittleren Korngröße kleiner  $4\text{ mm}^2$  sowie dem extrem geringen Längenanteil an  $\Sigma 3$ -Korngrenzen von kleiner 30 % die Versetzungsbewegung stark behindern kann. Durch den geringen Längenanteil an  $\Sigma 3$ -Korngrenzen ist die Wahrscheinlichkeit geringer, dass benachbarte Körner gemeinsame  $\{111\}$ -Gleitebenen aufweisen. Somit können die Versetzungen nicht mehr in so starkem Maße von einem Korn über die  $\Sigma 3$ -Korngrenze hinweg ins benachbarte Korn gleiten. Dies führt letztendlich dazu, dass die Versetzungen mehr oder weniger in den kleinen Körnern der Klasse F Säule verankert werden. Die Versetzungen können sich somit nicht ungehindert ausbreiten.

Neben dem eben beschriebenen Mechanismus wirkt sich auch die Entwicklung der Klasse F Kornstruktur sehr günstig auf den Versetzungsanteil aus. Die in Abschnitt 6.1 beschriebene Minimierung der Oberflächen- und Korngrenzenergie und der damit verbundene kontinuierliche Anstieg der Korngröße über die Kristallhöhe (siehe Abbildung 31) führen dazu, dass vor allem anfänglich eine hohe Anzahl an Körnern während des Kristallwachstums von anderen Körnern überwachsen wird. Dabei werden letztendlich auch Körner mit einer hohen Versetzungsdichte überwachsen. Das Resultat ist eine schlagartige Reduzierung des Versetzungsanteils sowie die Verhinderung der Versetzungsausbreitung und -anordnung.

Die Effektive Unterdrückung der Bewegung und Ausbreitung sowie das teilweise Überwachsen von Körnern mit einer hohen Versetzungsdichte sind die entscheidenden Mechanismen für den deutlich geringeren rekombinationsaktiven Flächenanteil der Klasse F Säulen (siehe Abschnitt 5.5).

Aufgrund der Tatsache, dass die Klasse F Säulen nur zu Kristallisationsbeginn einen signifikant höheren Anteil an random-Korngrenzen besitzen und die Korngröße in der ersten Kristallisationshälfte stärker zunimmt (Abbildung 31), sollte die Unterdrückung der flächenhaften

Versetzungsanordnung vor allem im unteren Säulenbereich ein Vorteil der Klasse F Säulen darstellen. Die Ergebnisse aus Abschnitt 5.5.1 lassen diesbezüglich keine eindeutige Aussage zu. Es scheint aber in der Tat so, dass es im letzten Viertel der Klasse F Säulen zu einer verstärkten Zunahme des rekombinationsaktiven Flächenanteils (siehe Abbildung 45) kommt. Dagegen steigt der rekombinationsaktiven Flächenanteil der Klasse G Säulen (siehe Abbildung 46) mit zunehmender Säulenhöhe tendenziell langsamer an, was zu dem bei den Klasse G Säulen beobachteten steigendem Anteil der random-Korngrenzen passt.

Die hohe Bedeutung einer definierten initialen Kornstruktur kann sehr gut anhand der Säule B beschrieben werden. Säule B zeigt mit einer mittleren Korngröße von nur  $2,7 \text{ mm}^2$  die feinkörnigste Kornstruktur aller industriellen Klasse F Säulen. Trotzdem besitzt sie mit einem bodennahen random- und  $\Sigma 3$ -Korngrenztyplängenanteil von 40 % beziehungsweise 35 % eine signifikant andere Korngrenztypverteilung als die anderen Klasse F Säulen (siehe Abbildung 39). Dies erklärt den um ungefähr 1 % bis 2 % erhöhten rekombinationsaktiven Flächenanteil (siehe Abbildung 45) über die gesamte Säulenhöhe. Bei einem Vergleich der Säule B mit den Klasse G Säulen ist zu erkennen, dass die Säule B einen nur um 10 % geringeren  $\Sigma 3$ -Korngrenztyplängenanteil besitzt, jedoch eine deutlich feinkörnigere Korngrößenverteilung. Dies in Kombination mit dem deutlich stärkeren Kornwachstum der Säule B im Vergleich zu den anderen Klasse G Säulen führt dazu, dass die Säule B in ihrem rekombinationsaktiven Flächenanteil zwischen den anderen Klasse F Säulen und den Klasse G Säulen liegt.

Die Behinderung der Versetzungsbewegung und –ausbreitung durch einen verringerten  $\Sigma 3$ -Korngrenztyplängenanteil in Kombination mit der initialen Feinkörnigkeit scheinen demnach die entscheidenden Korngefügeparameter zu sein, um einen reproduzierbar geringen rekombinationsaktiven Flächenanteil über die gesamte Säulenhöhe zu erhalten. Zusammengefasst sollte das Korngefüge zu Kristallisationsbeginn folgende Charakteristik aufweisen, um die flächenhafte Ausdehnung von Versetzungen zu minimieren:

- Einheitliche feinkörnige Korngrößenverteilung mit einem  $CV_{KG}$ -Wert kleiner 2 und einer mittleren Korngröße kleiner  $4 \text{ mm}^2$
- $\Sigma 3$ -Korngrenztyplängenanteil kleiner 30 %

Wenn die Korngefüge zu Kristallisationsbeginn wie bei den Klasse G Säulen deutlich undefinierter sind: starke Schwankungen der mittleren Korngröße zwischen  $4,5 \text{ mm}^2$  und  $8,8 \text{ mm}^2$ , der Korngrößenverteilung  $CV_{KG}$  von 3,4 bis 15,4 sowie ein hoher  $\Sigma 3$ -Korngrenztyplängenanteil von ungefähr 50 % vorliegen, wirkt sich dies sehr negativ auf den

rekombinationsaktiven Flächenanteil aus. Die eben diskutierten Vorteile der Klasse F Säulen, sind als Nachteile der Klasse G Säulen einzustufen und die Bewegung und Ausbreitung der Versetzungen kann nicht effektiv behindert werden. Dies ist auch deutlich an dem höheren rekombinationsaktiven Flächenanteil sowie der stärkeren Schwankung desselben zu erkennen (siehe Abbildung 48).

Trotz allem existiert mit der Klasse G Säule O ein Material, welches über die gesamte Säulenhöhe einen im Vergleich zu den Klasse F Säulen ähnlich geringen rekombinationsaktiven Flächenanteil besitzt. Abschnitt 6.3 liefert eine weitere Einflussgröße der Kornstruktur auf den rekombinationsaktiven Flächenanteil, mit dem der geringe elektrisch aktive Flächenanteil von 2% bis 5% der Säule O erklärt werden kann.

### 6.3 Einfluss der Kornorientierung auf den elektrisch aktiven Defektanteil

Nachdem im vorhergehenden Kapitel der Einfluss der mittleren Korngröße, der Korngrößenverteilung und des Korngrenztyplängenanteils diskutiert wurde, wird in diesem Kapitel der Einfluss der Kornorientierung auf die Bildung und Entwicklung der Versetzungscluster genauer erläutert. Aus den Ergebnissen aus Kapitel 5.6.3 konnte festgestellt werden, dass elektrisch aktive Kristalldefekte, meist Versetzungen, in allen Kornorientierungen gefunden werden. Ein direkter Vergleich der flächenmäßigen Kornorientierungsverteilung mit der flächenmäßigen Verteilung der rekombinationsaktiven Versetzungen zeigt jedoch einen leichten Schwerpunkt des Versetzungsanteils innerhalb des blauen/violetten Bereichs der IPF und somit nahe der  $\{111\}/\{112\}$ -Orientierungen (siehe Abbildung 51).

Für eine mögliche Erklärung müssen zwei Punkte berücksichtigt werden. Neben der Oberflächenenergie sind auch die mechanischen Eigenschaften des Siliziums orientierungsabhängig. Die Untersuchungen von Wortman [121] zeigen, dass die plastische Verformung in  $\{111\}$ -orientierten Körnern im Silizium bei niedrigeren Spannungen einsetzt als bei anders orientierten Körnern. Da eine plastische Verformung stets mit der Bildung und Bewegung von Versetzungen einhergeht besteht demnach in  $\{111\}$ -orientierten Körnern eine erhöhte Wahrscheinlichkeit der Versetzungsgeneration.

Der zweite Punkt beschäftigt sich mit der Möglichkeit der Versetzungsbewegung, welche bereits in der Literatur diskutiert wurde [65, 101]. Versetzungen bewegen sich im Silizium in den 4  $\{111\}$ -Gleitebenen, welche daher eine entscheidende Rolle für die Bildung und Entwicklung von Versetzungsclustern einnehmen. Bei einem  $\{111\}$  orientierten Korn besitzen



drei von vier Gleitebenen einen geringen Winkel von  $19,5^\circ$  zur Wachstumsrichtung, während die andere Gleitebene senkrecht zur Wachstumsrichtung angeordnet ist [101]. Alle anderen Orientierungen besitzen entweder nur eine oder zwei Gleitebenen, die im Bezug zur Wachstumsrichtung einen Winkel kleiner  $20^\circ$  aufweisen. Somit ist die statistische Wahrscheinlichkeit für die Bildung, Ausbreitung und periodischen Anordnung von Versetzungen innerhalb eines  $\{111\}$  orientierten Kornes größer als für andere Orientierungen.

Mit Hinblick auf eine inhomogene Orientierungsverteilung, wie sie bei den Klasse G Säulen auftritt, sollte eine Vermeidung von  $\{111\}$ -orientierten Körnern zu einem verringerten rekombinationsaktiven Flächenanteil führen. Bei einem Vergleich der flächenmäßigen Orientierungsverteilung der Säule O mit einer anderen Klasse G Säule wie beispielsweise der Säule Q (siehe Abbildung 36 und 37) ist zu erkennen, dass die Säule O im bodennahen wie auch kapennahen Bereich einen deutlich geringeren Flächenanteil an  $\{111\}$  nah orientierten Körnern besitzt. Tatsächlich besitzt Säule O auch als einzige Klasse G Säule über die gesamte Kristallhöhe einen sehr geringen rekombinationsaktiven Flächenanteil kleiner 5 % (Abbildung 48).

An dieser Stelle sei allerdings ausdrücklich darauf hingewiesen, dass Versetzungen innerhalb jeder Orientierung auftreten. Zudem ist Säule O die einzige Säule, welche eine derartige Orientierungsverteilung vom Boden zur Kappe hin zeigte. Es ist daher lediglich ein Indiz dafür, dass ein sehr geringer Anteil an  $\{111\}$  orientierten Körnern statistisch gesehen zu einem verringerten rekombinationsaktiven Flächenanteil führen kann. Für eine genauere Validierung dieses Ergebnisses müssten mehr Proben vom Typ Säule O untersucht werden.

### **6.4 Einfluss der Kornstruktur auf die elektrische Aktivierung von Versetzungsclustern**

Nachdem in den vorherigen Abschnitten ausführlich der Einfluss der unterschiedlichen Korngefüge hinsichtlich der Bildung, Bewegung und Ausbreitung von Versetzungen diskutiert wurde, soll nun der Einfluss des Korngefüges auf die Bindung von Verunreinigungen diskutiert werden.

In der Literatur wird davon ausgegangen, dass random-Korngrenzen aufgrund ihrer Struktur mehr Verunreinigungen einbauen können (Faktor zwei bis drei) und im Vergleich zu anderen Korngrenztypen eine stärkere Anziehungskraft auf Verunreinigungen ausüben [93]. Es wurde bereits ausführlich berichtet, dass die Klasse F Säulen vor allem im bodennahen Bereich einen sehr hohen Anteil an solchen random-Korngrenzen besitzen während dieser bei den Klasse G

Säulen um den Faktor 2 geringer ist. Demnach sollten die Klasse F Säulen tatsächlich eine größere Anzahl an Verunreinigungsatomen einbauen können und somit weniger Versetzungen elektrisch aktivieren.

Hinzu kommt die sehr homogene Feinkörnigkeit der Klasse F Säulen verglichen mit der deutlich inhomogeneren Korngrößenverteilung der Klasse G Säulen. Unter der Annahme, dass vor allem Eisen die Versetzungen und Korngrenzen kontaminiert, wurde der Diffusionsweg  $x$  mittels  $x = \sqrt{(Dt)}$  für Eisen bei  $900^\circ\text{C}$  ( $D_{900^\circ\text{C}} = 9,5\text{E-}6$  [124]) abgeschätzt. Demnach kann sich Eisen im festen Silizium bei  $900^\circ\text{C}$  ungefähr  $1,8\text{mm/h}$  bewegen. Daraus resultiert, dass die Verunreinigungen in dem feinkörnigen Material neben dem direkten Einbau in die random-Korngrenze auch von innerhalb des Kornes bis zur Korngrenze diffundieren können [122]. Eine solche Diffusion aus dem Kornvolumen zur Korngrenze ist bei den teilweise sehr großen Körnern von bis zu  $6775\text{mm}^2$  der Klasse G Säulen nicht möglich. Dies in Kombination mit dem deutlich verringerten random-Korngrenztyplängenanteil sollte im Klasse G Material zu einer stärkeren Kontamination der Versetzungen und somit zu einer erhöhten elektrischen Aktivierung derselben führen.

Die Ergebnisse aus Kapitel 5.6.4 zeigen, dass in dem untersuchten Klasse F Wafer tatsächlich nur ungefähr 33 % der Fläche mit einer Versetzungsdichte größer  $3 \times 10^5$  Versetzungen/ $\text{cm}^2$  elektrisch aktiviert wurden, während es bei dem Klasse G Wafer 65 % sind.

Für eine eindeutige Aussage ist es allerdings erforderlich, mehr Proben hinsichtlich ihrer Ätzgrubendichte und elektrischen Aktivität zu untersuchen. Dies war im Rahmen der Arbeit unter Verwendung der industriell untersuchten Wafer leider nicht möglich, da diese mit Dicken von ungefähr  $160\mu\text{m}$  nicht die Probenanforderung für die Ätzgrubendichtedetektion erfüllten.

Zusammenfassend konnte bisher gezeigt werden, dass das Korngefüge der Klasse F Säulen die Generation, Bewegung und Ausbreitung von Versetzungen einschränkt und ein größerer Anteil der vorhandenen Verunreinigungen in die random-Korngrenzen eingebaut wird. Betrachten wir an dieser Stelle nochmal die Solarzellenwirkungsgrade der untersuchten Säulen, so fällt einem sofort auf, dass die Klasse F Säulen einen um ungefähr 0,4% höheren Wert besitzen. Dies bedeutet, dass eine Verringerung der flächenhaften Versetzungsausdehnung und eine stärkere Kontamination der Korngrenzen anstelle der gebildeten Versetzungsnetzwerke zu einer erhöhten Solarzelleneffizienz führen

## 6.5 Einfluss der Verunreinigungen auf die Solarzelleneffizienz

In dem folgenden Abschnitt sollen die bisherigen Ergebnisse nochmal im Bezug zu der ermittelten Solarzelleneffizienz diskutiert werden. In den Grundlagen wurde bereits verdeutlicht, dass vor allem eine Kombination aus Verunreinigungen und vorhandenen Kristalldefekten, die die Verunreinigungen gettern, einen entscheidenden Einfluss auf deren elektrische Aktivität besitzen. Es gibt demnach zwei Materialfaktoren, die den Wirkungsgrad einer Solarzelle im Wesentlichen bestimmen. Dies sind die Kristalldefektdichte und der gesamte Verunreinigungsgehalt. Aufgrund der Tatsache, dass die Säulen von unterschiedlichen Herstellern, in unterschiedlichen Öfen, mit unterschiedlichen Kristallisationsprozessen gezüchtet wurden und von unterschiedlichen Blockpositionen stammen, können sich die Säulen hinsichtlich ihres Kontaminationsniveaus unterscheiden. Bei starken Unterschieden wäre davon auszugehen, dass sich dieser Unterschied bei ähnlichen Kornstrukturen im Solarzellenwirkungsgrad abbilden lässt.

Die Klasse F Wafer besitzen mit maximalen Solarzellenwirkungsgraden von 18,5% bis 18,8% nur eine sehr geringe Schwankung von 0,3%. Eingeschlossen in das Ergebnis ist die Randsäule C mit einem Wirkungsgrad von 18,5% und Säule B mit 18,6%, die eine leicht abweichende Kornstruktur und höhere rekombinationsaktive Flächenanteile aufweist. Das bedeutet, dass der Solarzellenwirkungsgrad innerhalb der Klasse F Säulen eigentlich nur zwischen 18,7% und 18,8% schwankt, obwohl die Säulen von unterschiedlichen Herstellern (H2, H4 und H5) stammen. Dies spiegelt sich auch in den sehr ähnlichen rekombinationsaktiven Flächenanteilen (siehe Abbildung 45) der einzelnen Säulen wieder. Es kann daher davon ausgegangen werden, dass der Verunreinigungsgehalt der Klasse F Säulen vergleichbar ist.

Innerhalb der Klasse G Säulen streuen die maximalen Solarzellenwirkungsgrade von 17,6 bis 18,4% deutlich stärker, wobei diese starke Streuung vor allem durch die Säule L bedingt ist. Diese ist zum einen eine Randsäule und zum anderen die einzige Säule von Hersteller 3. Wird diese Säule ausgeschlossen, schwanken die Werte nur noch zwischen 18,1% und 18,4%. Der geringe Solarzellenwirkungsgrad von 18,1% der Säule O kann wiederum auf eine Randlage zurückgeführt werden, was deutlich an den PL Aufnahmen zu erkennen war, sodass die Werte nur noch zwischen 18,2% und 18,4% variieren. Während Säule N (18,2%) vom Hersteller H1 stammt, wurden die Säulen K, Q, O und R vom Hersteller H2 produziert. Der geringfügig niedrigere Wirkungsgrad von Säule N ist auch an einem im Mittel höheren Flächenanteil an rekombinationsaktiven Kristalldefekten (siehe Abbildung 46) zu erkennen. Es

kann somit auch bei den Klasse G Säulen davon ausgegangen werden, dass mit Ausnahme von Säule L (H3) ein ähnlicher Verunreinigungsgehalt vorliegt.

Unter der Annahme, dass der Hersteller H2 bei der Produktion der Klasse F Säule E und der Klasse G Säule Q ähnlich kontaminierte Rohstoffe und Tiegel genutzt hat, so wäre aufgrund der längeren Prozesszeit der Klasse F Säule E eine höhere Verunreinigungscontamination zu erwarten. Säule E zeigt jedoch im Vergleich zu Säule Q eine um 0,4 % höhere Zelleffizienz. Demnach müssen die Verunreinigungen in Säule E in einem weniger elektrisch aktiven Zustand vorliegen als bei Säule Q. Eine Möglichkeit ergibt sich direkt bei der Betrachtung beider Kornstrukturen. Säule E besitzt aufgrund der günstigen initialen Kornstruktur einen geringeren Flächenanteil an versetzungsreichen Gebieten (siehe Kapitel 5.4) und einen erhöhten random-Korngrenzlängenanteil von über 60 %. Innerhalb der Klasse F Säulen werden somit die Verunreinigungen zum einen in die random-Korngrenzen eingebaut und zum anderen in die weniger vorhandenen Versetzungscluster. Die Diskussion aus Kapitel 6.4 zeigt zudem, dass die Möglichkeit besteht, dass die random-Korngrenzen das Korn und das Umfeld der Versetzungen von Verunreinigungen „reinigt“ und somit durch das Vorhandensein von random-Korngrenzen weniger Versetzungen elektrisch aktiviert werden.

Die Klasse G Säulen besitzen mit weniger als 30 % einen deutlich geringeren Längenanteil an random-Korngrenzen und einen sehr hohen Längenanteil an  $\Sigma 3$ -Korngrenzen, die nur sehr wenige Verunreinigungen einbauen können [93]. Zusätzlich ist der Flächenanteil an versetzungsreichen Gebieten erhöht (siehe Kapitel 5.4). Bei ähnlichen Verunreinigungsgehalten bedeutet dies, dass zwangsläufig mehr Verunreinigungen an versetzungsreichen Gebieten gebunden sind.

Bezogen auf den Wirkungsgrad kann somit gesagt werden, dass Verunreinigungen in Kombination mit Versetzungscluster ein stärkeres Rekombinationszentrum bilden als in Kombination mit Korngrenzen. Dies könnte daran liegen, dass Verunreinigungen innerhalb der Versetzungscluster in anderer Form vorliegen können als innerhalb der Korngrenzen, an denen Verunreinigungen auch präzipitieren können [123]. Aus diesem Grund ist vor dem Hintergrund der Verunreinigungen ein Gefüge mit hohem random-Korngrenztyplängenanteil günstig, um hohe Solarzellenwirkungsgrade zu erzielen.

## 7. Zusammenfassung und Ausblick

In der vorliegenden Arbeit wurde der Einfluss der Kornstruktur industriell gezüchteter multikristalliner (mc) Siliziumblöcke an vollflächigen  $156 \times 156 \text{ mm}^2$  Wafern auf den vorhandenen elektrischen Flächenanteil untersucht. Die Motivation dieser Untersuchung ergab sich aus der Entwicklung des sogenannten High-Performance-Multi (HPM)-Materials, welches im Vergleich zu dem herkömmlichen multikristallinen Wafermaterial initial eine visuell signifikant andere Korngrößenverteilung zeigt, die letztendlich zu höheren Solarzelleneffizienzen führt. In der Literatur existierte jedoch bislang keine statistisch relevante Untersuchung der unterschiedlichen Kornstrukturen hinsichtlich ihrer Korngrößen-, Kornorientierungs- und Korngrenztypverteilung, die eindeutig aufzeigt, was die Vorteile des HPM-Materials sind. Ein Schwerpunkt in dieser Arbeit war daher vor allem die Bestimmung der Korngrößen-, Kornorientierungs- und Korngrenztypverteilung. Während für die Bestimmung der Korngrößenverteilung ganzer Wafer zu Beginn der Arbeit bereits kommerzielle Messgeräte auf dem Markt verfügbar waren, wurde für die vollflächige Bestimmung der Kornorientierungs- und Korngrenztypverteilung ganzer mc-Siliziumwafer eine vollständig neue Mess- und Auswertemethodik entwickelt. Für die Bestimmung des rekombinationsaktiven Flächenanteils und der Ätzgrubendichte wurden zwei aus der Literatur bekannte Methoden verwendet. Dazu gehörten die quantitative Bestimmung des rekombinationsaktiven Flächenanteils aus Photolumineszenzmessungen sowie die automatisierte Auszählung von Ätzgruben mit Hilfe eines Auflichtmikroskopes.

Im Rahmen der Arbeit konnte eine Mess- und Auswertemethodik entwickelt werden, die innerhalb von 5 h die Korngrößen-, Kornorientierungs- und Korngrenztypverteilung ganzer mc-Siliziumwafer charakterisiert, visualisiert und statistisch auswertet. Das Messprinzip beruht auf der Kombination zweier Messgeräte. Das erste Messgerät, der sogenannten Korndetektor, dient dazu, die Kornstruktur mittels einer Reflektivitätsmessung abzubilden und die geometrischen Daten eines Kornes zu bestimmen. Der Wafer wird danach mit diesen Informationen an ein zweites Gerät, den Laue-Scanner, übergeben. Dort wird anschließend jedes detektierte Korn größer  $3 \text{ mm}^2$  mit weißer Röntgenstrahlung bestrahlt und die gebeugten Strahlen mittels Flächendetektor erfasst. Aus dem resultierenden Laue Muster wird im Anschluss die Orientierungsmatrix jedes Kornes bestimmt und daraus automatisiert die Kornorientierung sowie die Korngrenztypbeziehung zweier benachbarter Körner berechnet und mit Hilfe der Korngeo-

metriedaten statistisch ausgewertet. Neben dieser Messmethodik konnte auch eine halbautomatisierte Routine für die Quantifizierung des rekombinationsaktiven Flächenanteils aus Photolumineszenzbildern sowie eine automatisierte Auszählung der Ätzgruben etabliert werden.

Unter Nutzung der entwickelten Mess- und Auswertemethoden wurden im Rahmen der Arbeit die Kornstrukturen von 12 industriellen und 2 am Institut gezüchteten mc-Siliziumsäulen charakterisiert. Davon wiesen 7 Säulen visuell eine HPM Charakteristik auf (Klasse F) und die weiteren 7 Säulen entsprachen visuell den herkömmlichen mc-Siliziumsäulen (Klasse G).

Die Ergebnisse der Kornstrukturcharakterisierung zeigten, dass sich vor allem die initiale Kornstruktur beider Klassen signifikant voneinander unterscheidet, während die kappennahe Kornstruktur beider Klassen deutlich vergleichbarer ist. Dabei sind die Klasse F Säulen durch eine extrem homogene, feinkörnige Korngrößenverteilung (mittlere Korngröße  $\bar{A}_{KG} < 4 \text{ nm}^2$ ,  $CV_{KG} < 2$ ), eine homogene Orientierungsverteilung ( $CV_{KO} < 1,5$ ) und einen sehr hohen random-Korngrenztyplängenanteil ( $S_{KGT\%} > 60\%$ ) charakterisiert. Das Besondere der Klasse F Säulen ist, dass sie trotz unterschiedlicher Hersteller eine extrem definierte bodennahe Kornstruktur besitzen, die kaum Schwankungen aufweist. Dies zeigt, dass der dahinterliegende Ankeimprozess zu Kristallisationsbeginn extrem robust ist und unabhängig vom Hersteller stets ein identisches Ausgangsgefüge erzeugt. Die bodennahen Kornstrukturen der Klasse G Säulen schwanken dagegen deutlich stärker. Sie sind dadurch charakterisiert, dass sie eine inhomogene, grobkörnige Korngrößenverteilung (mittlere Korngröße  $\bar{A}_{KG} > 4 \text{ nm}^2$ ,  $CV_{KG} > 3$ ), eine inhomogene Orientierungsverteilung ( $CV_{KO} > 3$ ) und einen geringen random-Korngrenztyplängenanteil ( $S_{KGT\%} < 30\%$ ) besitzen.

Die Untersuchungen aus der Arbeit lassen den Schluss zu, dass eine energetisch optimale Orientierungs- und Korngrenztypverteilung existiert. Beide Klassen sind bestrebt, diese während des Kristallwachstumsprozesses zu erreichen. Während sich die Kornstruktur der Klasse F Säulen zur Erreichung der optimalen Verteilung nach dem Prinzip Oberflächenenergie- und Korngrenzenergieminimierung entwickelt, wird die Orientierungs- und Korngrenztypverteilung der Klasse G Säulen aus energetischer Sicht „ungünstiger“. Eine solche energetisch ungünstige Entwicklung ist prinzipiell nur dann möglich, wenn an einer anderen Stelle eine Energiereduzierung stattfindet. Die Ergebnisse dieser Arbeit lassen diesbezüglich keine eindeutige Aussage zu aber eine mögliche Hypothese wäre eine Energiereduzierung des Gesamtsystems durch die Bildung von Versetzungen. Diese wurden auch vermehrt innerhalb der Klasse G Säulen gefunden.

Im Rahmen der Arbeit konnte eindeutig gezeigt werden, dass das initiale Korngefüge sowie dessen Entwicklung einen signifikanten Einfluss auf die Versetzungsdichte sowie den rekomb-

binationsaktiven Flächenanteil besitzt. Es konnte klar herausgearbeitet werden, dass folgende Mechanismen in der genannten Reihenfolge einen dominierenden Einfluss auf die Generation, Bewegung, Ausbreitung und Kontamination der Versetzungen haben:

1. Ein homogen feinkörniges Korngefüge mit einem geringen Anteil an  $\Sigma 3$ -Korngrenzen behindert massiv die Versetzungsbewegung und –ausbreitung. Dies liegt darin begründet, dass die Versetzungen bei ihrer Bewegung mit einer hohen Wahrscheinlichkeit auf eine nicht überwindbare Korngrenze ( $\neq \Sigma 3$ ) treffen. Die Versetzungen können diese Korngrenzen nicht überwinden, da die benachbarten Körner keine gemeinsamen Gleitebenen besitzen. Sie bleiben somit innerhalb der kleinen Körner gefangen und können sich nicht beliebig ausbreiten.
2. Durch die kontinuierliche Zunahme der Korngröße, die bei den Klasse F Säulen durch die Minimierung der Oberflächen- und Korngrenzenergie getrieben ist, kommt es vor allem in der ersten Kristallhälfte zu einem starken Überwachsen der Körner. Dabei werden auch Körner mit einer erhöhten Versetzungsdichte überwachsen, was zu einer schlagartigen Reduzierung der selbigen führt und somit die Bildung großer Versetzungsnetzwerke unterdrückt werden kann.
3. Es konnte gezeigt werden, dass auch die Kornorientierung selbst einen Einfluss auf die Versetzungsdichte hat. Besonders anfällig für Versetzungen sind  $\{111\}$ -orientierte Körner, da sich diese bereits bei geringen Spannungen plastisch verformen. Zusätzlich können die so induzierten Versetzungen 3 potentielle Gleitebenen längs zur Wachstumsrichtung (Winkel =  $19,5^\circ$ ) nutzen, um sich zu bewegen und zu multiplizieren. In allen anderen Orientierungen stehen den Versetzungen für die Bewegung weniger  $\{111\}$ -Gleitebenen zur Verfügung, die bezogen zur Wachstumsrichtung einen Winkel kleiner  $20^\circ$  besitzen.
4. Ein homogen feinkörniges Korngefüge mit einem hohen random-Korngrenztypanteil, ist in der Lage eine höhere Anzahl an Verunreinigungsatomen zu binden und dadurch weniger Versetzungen elektrisch zu aktivieren.

All diese Mechanismen führen zu einer Reduktion der Versetzungsdichte oder zu einer verringerten elektrischen Aktivität durch das Binden von Verunreinigungen an den random-Korngrenzen.

Die durchschnittlich höheren Wirkungsgrade der Klasse F Säulen (18,5 % - 18,8 %) im Vergleich zu den Klasse G Säulen (17,6 % - 18,3 %) zeigen, dass die Reduzierung der Versetzungscluster wichtiger ist als die Reduzierung der Korngrenzanzahl und der random-



Korngrenzen. Somit ist das Kornorientierungs- und Korngrenzen-Engineering ein wichtiger Hebel für die weitere Steigerung des Wirkungsgrades.

Für eine weitere Erhöhung der Solarzelleneffizienz müsste der random-Korngrenztyplängenanteil noch weiter gesteigert sowie die mittlere Korngröße so klein wie möglich gehalten werden.

Neben der Erhöhung der Solarzelleneffizienz können natürlich auch die Kosten des mc-Siliziummaterials gesenkt werden, indem die Ausbeute an hochwertigem Wafermaterial und die Anzahl der Wafer pro Kristallzüchtung gesteigert wird. Für eine deutliche Erhöhung der Ausbeute muss eine technologische Variante gefunden werden, bei der die Keimbildung wie bei den Klasse G Säulen auf dem Tiegelboden beginnt und trotzdem die bodennahe Kornstruktur der Klasse F Säulen erzeugt wird. Dies könnte erreicht werden, indem statt der  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Beschichtung eine alternative benetzende Beschichtung aufgebracht wird. Ein solcher Kristallzüchtungsprozess würde die längere HPM-Prozesszeit auf die Länge des herkömmlichen mc-Siliziumprozesses verkürzen, weil der Rohstoff wieder vollständig aufgeschmolzen werden könnte. Damit einhergehend würde sich der erhöhte Schlechtbereich am Tiegelboden um die Höhe der nicht mehr benötigten Ankeimschicht verringern.

Ein aktueller Trend, der die Anzahl der Wafer pro Kristallzüchtung deutlich erhöht, ist die Verwendung immer größerer Tiegel. Die Untersuchungen dieser Arbeit haben jedoch gezeigt, dass sich die Kornstrukturen beider Klassen über die Höhe immer mehr angleichen und die beschriebenen bodennahen „günstigen“ Kornstruktureigenschaften der Klasse F Säulen im Kappenbereich nahezu verschwunden sind. Es ist demnach zu erwarten, dass sich die Materialqualität der Klasse F Säulen bei Einsatz höherer Tiegel deutlich verschlechtert und somit die Solarzelleneffizienz der oberen Wafer reduziert wird. Für die Verwendung größerer Tiegel bedeutet dies, dass statt in die Höhe mehr in die Breite und Länge dimensioniert werden müsste.

# Verwendete Abkürzungen und Symbole

mc		multikristallin
HPM		high-performance-multi
$\tau$		Minoritätsladungsträgerlebensdauer
BB		Band zu Band
SRH		Shockley Read Hall
EBIC		Electron Beam Current Induced
CSL		Koinzidenz Gitter Theorie
IPF		Inverse Pol Figur
$\bar{A}_{KG}$	[mm <sup>2</sup> ]	mittlere Korngröße
CV <sub>KG</sub>		Variationskoeffizient der Korngrößenverteilung
A <sub>KO%</sub>	[ %]	Kornorientierungsflächenanteil
N <sub>KO%</sub>	[ %]	Kornorientierungsmengenanteil
CV <sub>KO</sub>		Variationskoeffizient der Kornorientierungsverteilung
S <sub>KGT%</sub>	[ %]	Korngrenztyplängenanteil
N <sub>KGT%</sub>	[ %]	Korngrenztypmengenanteil
$\rho$	[Ätzgruben/cm <sup>2</sup> ]	Ätzgrubendichte
A <sub>p%</sub>	[ %]	Flächenanteil der Ätzgrubendichte größer 3x10 <sup>5</sup>
CV <sub>SRH</sub>		Variationskoeffizient der orientierungsabhängigen Verteilung der rekombinationsaktiven Kristalldefekte
$\eta$	[ %]	Solarzellenwirkungsgrad
(hkl) / {hkl}		Symbol zur Angabe exakter/ symmetrieäquivalenter kristallographischer Ebenen
[hkl] / <hkl>		Symbol zur Angabe exakter/ symmetrieäquivalenter kristallographischer Richtungen

# Literaturverzeichnis

- [1] Bundesministerium für Wirtschaft und Energie, „Die Energie der Zukunft - Erster Fortschrittsbericht zur Energiewende,“ Berlin, **2014**.
- [2] Fraunhofer ISE, „Fraunhofer ISE,“ 24 Oktober 2014. [Online]. Available: <http://www.ise.fraunhofer.de/de/downloads/pdf-files/aktuelles/photovoltaics-report-in-englischer-sprache.pdf>. [Zugriff am 17.02. **2015**].
- [3] L. Arnberg, „State-of-the-art growth of Silicon for PV application,“ *Journal of Crystal Growth*, **2012**, 360, S.56-60.
- [4] P. W. Bridgman, „Certain physical properties of single crystals of tungsten, antimony, bismuth, tellurium, cadmium, zinc, and tin,“ *Proc. of the American Academy of Arts and Sciences*, 1925, 60(6), S.305-383.
- [5] P. W. Bridgman, „The compressibility of thirty metals as a function of pressure and temperature,“ *Proc. of the American Academy of Arts and Sciences*, **1923**, 58(5), S.165-242.
- [6] G. Dhanaraj, K. Byrappa, M. D. V. Prasad, Handbook of Crystal Growth, Berlin Heidelberg: Springer Verlag, **2010**.
- [7] D. Camel, B. Marie, D. Ponthenier, F. Servant, „Thermal control of Si ingot crystallization by modulated conductive heat extraction,“ in *Proc. of 3rd International Workshop on Crystalline Silicon Solar Cells*, Trondheim, **2009**.

- [8] W. Kwapil, A. Zuschlag, I. Reis, I. Schwirtlich, S. Meyer, R. Zierer, R. Krain, F. Kießling, M. Schumann, C. Schmid, S. Riepe, „Influence of Crucible and Coating on the Contamination of Directionally Solidified Silicon: First Results of the German Research Network "SolarWubS",“ *European Photovoltaic Solar Energy Conference*, **2012**, 27, S.627.
- [9] A. A. Isratov, T. Buonassisi, M. D. Pickett, M. Heuer, E. R. Weber, „Control of metal impurities in "dirty" multicrystalline silicon for solar cells,“ *Materials Science Engineering B*, **2006**, 134, S.282-286.
- [10] S. Martinuzzi, I. Perichaud, O. Palais, „Segregation phenomena in large-size cast multicrystalline Si ingots,“ *Solar Energy Materials & Solar Cells*, **2007**, 91, S.1172-1175.
- [11] D. Zhu, L. Ming, M. Huang, Z. Zhang, X. Huang, „Seed-assisted growth of high-quality multi-crystalline silicon in directional solidification,“ *Journal of Crystal Growth*, **2014**, 386, S.52-56.
- [12] K. Nakajima, K. Fujiwara, W. Pan, M. Tokairin, Y. Nose, N. Usami, „Development of textured high-quality si multicrystalline ingots with same grain orientation and large grain sizes by the new dendritic casting method,“ *Conference Record of the 2006 IEEE 4th World Conference on Photovoltaic Energy Conversion*, **2006**, 1, S.964-967.
- [13] K. Nakajima, K. Kutsukake, K. Fujiwara, K. Morishita, S. Ono, „Arrangement of dendrite crystals grown along the bottom of si ingots using dendritic casting method by controlling thermal conductivity under crucibles,“ *Journal of Crystal Growth*, **2011**, 319(1), S.13-18.
- [14] N. Usami, R. Yokoyama, I. Takahashi, K. Ktsukake, K. Fujiwara, K. Nakajima, „Relationship between grain boundary structures in si multicrystals and generation of dislocations during crystal growth,“ *Journal of Applied Physics*, **2010**, 107(1), S.013511-5.
- [15] G. Stokkan, „Relationship between dislocation density and nucleation of multicrystalline silicon,“ *Acta Materialia*, **2010**, 58(9), S.3223-3229.

- [16] T. F. Li, H.C. Huang, H.W. Tsai, A. Lan, C. Chuck, C. W. Lan, „An enhanced cooling design in directional solidification for high quality multi-crystalline solar silicon,“ *Journal of Crystal Growth*, **2012**, 340, S.202-208.
- [17] C. W. Lan, W. C. Lan, T. F. Lee, A. Yu, Y. M. Yang, W. C. Hsu, B. Hsu, A. Yang, „Grain control in directional solidification of photovoltaic silicon,“ *Journal of Crystal Growth*, **2012**, 360, S.68-75.
- [18] K. Nagashio, K. Kuribayashi, „Growth mechanism of twin-related and twin-free facet si dendrites,“ *Acta Materialia*, **2005**, 53(10), S.3021-3029.
- [19] F. Schmid, „Crystal Growing“. USA Patent 3898051, **1975**.
- [20] L. Hubenthal, *Kornauslese bei der gerichteten Erstarrung von PV-Silicium*, Friedrich-Alexander-Universität, Erlangen-Nürnberg, **2012**.
- [21] D. Hu, T. Zhang, L. He, H.Chen, D. Zhong, S.Cao, J. Gao, Y. Wan, „The characteristics of sub-grains in the mono-like silicon crystals grown with directional solidification method,“ *Proceedings of the 38th IEEE Photovoltaic Specialists Conference*, **2012**, S.2735-2738.
- [22] B. Marie, S.Bailly, A. Jouini, D. Ponthenier, N. Plassat, L. Dubost, E. Pihan, N. Enjalbert, J. P. Garandet und D. Camel, „Seeded grown mono-like Si ingot: Effect on recombination activity of dislocations,“ *Proceedings of 26th European Photovoltaic Solar Energy Conference*, **2011**, S.1910-1914.
- [23] M. Trempa, C. Reimann, J. Friedrich, G. Müller, A. Krause, L. Sylla, T. Richter, „Defect formation induced by seed-joints during directional solidification of quasi-mono-crystalline silicon ingots,“ *Journal of Crystal Growth*, **2014**, 405, S.131-141.
- [24] T. Ervik, G. Stokkan, T. Buonassisi, O. Mjos, O. Lohne, „Dislocation formation in seeds for quasi-monocrystalline silicon for solar cells,“ *Acta Materialia*, **2014**, 67, S.199-206.

- [25] M. Trempa, C. Reimann, J. Friedrich, G. Müller, D. Oriwol, „Mono-crystalline growth in directional solidification of silicon with different orientation and splitting of seed crystals,“ *Journal of Crystal Growth*, **2012**, 351(1), S. 131-140.
- [26] X. Gu, X. Yu, K. Guo, L. Chen, D. Wang und D. Yang, „Seed-assisted cast quasi-single crystalline silicon for photovoltaic application: Towards high efficiency and low cost silicon solar cells,“ *Solar Energy Materials and Solar Cells*, **2012**, 101, S.95-101.
- [27] M. Trempa, *Gerichtete Erstarrung von einkristallinen Siliciumkristallen nach dem VGF-Verfahren für die Anwendung in der Photovoltaik*, Dissertation, Friedrich-Alexander-Universität, Erlangen-Nürnberg, **2013**.
- [28] Y. M. Yang, A. Yu, B. Hsu, W. C. Hsu, A. Yang und C. W. Lan, „Development of high-performance multicrystalline silicon for photovoltaic industry,“ *Progress in Photovoltaics: Research and Applications*, **2013**, 23(3), S.340-351.
- [29] Y. T. Wong, C. Hsu und C. W. Lan, „Development of grain structures of multicrystalline silicon from randomly oriented seeds in directional solidification,“ *Journal of Crystal Growth*, **2014**, 387, S.10-15.
- [30] R. R. Prakash, T. Sekiguchi, K. Jiptner, Y. Miyamura, J. Chen, H. Harada, K. Kakimoto, „Grain growth of cast-multicrystalline silicon grown from small randomly oriented seed crystal,“ *Journal of Crystal Growth*, **2014**, 401, S.717-719.
- [31] E. Hornbogen und B. Skrotzki, *Mikro- und Nanoskopie der Werkstoffe*, Berlin Heidelberg: Springer, **2009**.
- [32] V. Randle, O. Engler, *Introduction to Texture Analysis, Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping*, Amsterdam: Gordon and Breach Science Publishers imprint, **2000**.
- [33] D. Lausch, M. Gläser, C. Hagendorf, „Determination of crystal grain orientations by optical microscopy at textured surfaces,“ *Journal of Applied Physics*, **2013**, 114, S.194509.

- [34] D. Windisch, P. Becker, „Silicon lattice parameters as an absolute scale of length for high precision measurements of fundamental constants,“ *Physica Status Solidi (A)*, **1990**, 118(2), S.379-388.
- [35] D. Tröbrens, N. Stüßer, K. Knorr, H. Mayer, G. Lampert, „The new high-resolution neutron powder diffractometer at the berlin neutron scattering center,“ *Material Science Forum*, **2001**, 378-381, S.288-293.
- [36] C. Kittel, Einführung in die Festkörperphysik, München: Oldenbourg, **2006**.
- [37] S.Rein, Lifetime spectroscopy: a method of defect characterization in silicon for photovoltaic applications, Berlin: Springer, **2005**.
- [38] W. Shockley, W. Read, „Statistic of the recombinations of holes and electrons,“ *Physical Review*, **1952**, 87(5), S.835-842.
- [39] R. N. Hall, „Electron-hole recombination in germanium,“ *Physical Review*, **1952**, 87, S.387.
- [40] A. Hangleiter, R. Häcker, „Enhancement of band-to-band Auger recombination by electron-hole correlations,“ *Physical Review Letters*, **1990**, 65(2), S.215-218.
- [41] A. Stekolnikov, J. Furthmüller und F. Bechstedt, „Absolute srface energies of group-IV semiconductors: Dependence on orientation and reconstruction,“ *Physical Review B*, **2002**, 65, S.115318.
- [42] A. A. Stekolnikov, J. Furthmüller, F. Bechstedt, „Structural elements on reconstructed Si and Ge (110) surfaces,“ *Physical Review B*, **2004**, 70, S.045305.
- [43] D. J. Eaglesham, A. E. White, L. C. Feldman, N. Moriya, D. C. Jacobson, „Equilibrium shape of Si,“ *Physical Review Letters*, **1993**, 70, S.1643.
- [44] A. Stekolnikov, „Reconstruction of group-IV semiconductor surfaces: Origin, energetics and consequences,“ *Dissertation, Friedrich-Schiller-Unisversität, Jena*, **2005**.



- [45] W. Schatt, Einführung in die Werkstoffwissenschaft, Berlin: Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, **1981**.
- [46] D. Donald, Materialwissenschaften, Heidelberg - Berlin - Oxford: Spektrum Akademischer Verlag, **1996**.
- [47] G. Gottstein, Physikalische Grundlagen der Materialkunde, Berlin - Heidelberg: Springer, **2007**.
- [48] J. Hornstra, „Dislocations in the diamond lattice,“ *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, **1958**, 5(1-2), S. 129-141.
- [49] M. Heggie, R. Jones, „Atomic structure of dislocations and kinks in silicon,“ *Microscopy of Semiconducting Materials Conference*, **1987**, S. 367-374.
- [50] K. Wessel, H. Alexander, „On the mobility of partial dislocations in silicon,“ *Philosophical Magazine*, **1977**, 35(6), S. 1523-1536.
- [51] J. Bigger, D. McInnes, A. Sutton, M. Payne, I. Stich, R. King-Smith, D. Bird, L. Clark, „Atomic and electronic structures of the 90° partial dislocation in silicon,“ *Physical Review Letters*, **1992**, 69(15), S. 2224-2227.
- [52] J. R. Chelikowsky, „30° partial dislocations in silicon: Absence of electrically active states,“ *Physical Review Letters*, **1982**, 49(21), S. 1569-1572.
- [53] I. Ray, D. Cockayne, „The observation of dissociated dislocations in silicon,“ *Philosophical Magazine*, **1970**, 22(178), S. 853-856.
- [54] K. Sumino, H. Harada, „In situ x-ray topographic studies of the generation and multiplication processes of dislocations in silicon crystals at elevated temperatures,“ *Philosophical Magazine A*, **1981**, 44(6), S. 1319-1334.

- [55] A. Danilewsky, J. Wittig, A. Croell, D. Allen, P. McNally, P. Vagovic, T. dos Santos Rolo, Z. L. T. Baumbach, E. Gorostegui-Collinas, J. Garagorri, M. Elizalde, M. Fossati, D. Bowen, B. Tanner, „Dislocation dynamics and slip band formation in silicon: In-situ study by x-ray diffraction imaging,“ *Journal of Crystal Growth*, **2011** 318(1), S.1157-1163.
- [56] P. Rudolph, „Dislocation cell structures in melt-grown semiconductor compound crystals,“ *Crystal Research and Technology*, **2005**, 40(1-2), S. 7-20.
- [57] M. Zaiser, Dislocation patterns in crystalline solids, Band 1 von Crystal growth - From Fundamentals to Technology, G. Müller, J. J. Métois, P. Rudolph, Hrsg., Amsterdam: Elsevier, **2004**, S.215-238.
- [58] J. Bohm, *Realstruktur von Kristallen*, Schweizerbart, **1995**.
- [59] D. Hull und D. J. Bacon, Introduction to dislocations, Oxford: Butterworth-Heinemann, **2007**.
- [60] F. Louchert, „Thermally activated dislocation sources in silicon,“ *Journal of Applied Physics C: Solid State Physics*, **1980**, 13(30), S.847-849.
- [61] W. T. Read, Dislocations in Crystals, New York - Toronto - London: McGraw-Hill Book Company, **1953**.
- [62] H. Wiederisich, „A quantitativ theory for dislocation multiplication during the early stages of the formation of glide bands,“ *Journal of Applied Physics*, **1962**, 33(3), S.854-858.
- [63] K. V. Ravi, „On the observation of bardeen-herring sources in silicon,“ *Metallurgical Transactions*, **1972**, 3(5), S.1311-1313.
- [64] H.J. Möller, C. Funke, M. Rinio, S. Scholz, „Multicrystalline silicon for solar cells,“ *Thin Solid Films*, **2005**, 487(1-2), S.179-187.

- [65] S. Würzner, T. Kaden, C. Funke, D. Kreßner-Kiel, H.J. Möller, „A new view on the origin of dislocations and their density distribution in multicrystalline silicon,“ *24th European Photovoltaic Solar Energy Conference, Hamburg*, **2009**, S.2133-2137.
- [66] B. Rynningen, G. Stokkan, M. Kivambe, T. Ervik, O. Lohne, „Growth of dislocation clusters during directional solidification of multicrystalline silicon ingots,“ *Acta Materialia*, **2011**, 59(20), S.7703-7710.
- [67] J. C. Li, „Some elastic properties of an edge dislocation wall,“ *Acta Metallurgica*, **1960**, 8(8), S.563-574.
- [68] H. Mughrabi, „Dislocation wall and cell structure and long-range internal stresses in deformed metal crystals,“ *Acta Metallurgica*, **1983**, 31(9), S.1367-1379.
- [69] V. Kveder, T. Sekiguchi, K. Sumino, „Electronic states associated with dislocations in p-type silicon studied by means of electric-dipole spin resonance and deep-level transient spectroscopy,“ *Physical Review B*, **1995**, 51(23), S.16721-16727.
- [70] M. Wattenbach, C. Kisielowski-Kemmerich, H. Alexander, V. V. Kveder, T. R. McHedlidze, Y. A. Osipyan, „Electric-dipole spin resonance of dislocations in plastically deformed p-type silicon,“ *Physics Status Solidi (B)*, **1990**, 158(1), S.49-53.
- [71] M. Seibt, R. Khalil, V. Kveder, W. Schröter, „Electronic states at dislocations and metal silicide precipitates in crystalline silicon and their role in solar cell materials,“ *Applied Physics A*, **2009**, 96(1), S.235-253.
- [72] P. Omling, E. R. Weber, L. Montelius, H. Alexander, J. Michel, „Electrical properties of dislocations and point defects in plastically deformed silicon,“ *Physical Review B*, **1985**, 32(10), S.6571-6581.
- [73] H.J. Leamy, „Charge collection scanning electron microscopy,“ *Journal of Applied Physics*, **1982**, 53(6), S.R51-R80.
- [74] M. Kittler, W. Seifert, K. Knobloch, „Influence of contamination on the electrical activity of crystal defects in silicon,“ *Microelectronic Engineering*, **2003**, 66(1-4), S.281-288.

- [75] M. Kittler, W. Seifert, „On the origin of EBIC defect contrast in silicon. A reflection on injection and temperature dependent investigations,“ *Physica Status Solidi (A)*, **1993**, 138(2), S.687-693.
- [76] V. Kveder, M. Kittler, W. Schröter, „Recombination activity of contaminated dislocations in silicon: A model describing electron-beam-induced current contrast behavior,“ *Physical Review B*, **2001**, 63(11), S.115208.
- [77] S.M. Myers, M. Seibt, W. Schröter, „Mechanism of transition-metal gettering in silicon,“ *Journal of Applied Physics*, **2000**, 88(7), S.3795-3819.
- [78] H.E. Ghitani, M. Pasquinelli, S.Martinuzzi, „Influence of dislocations on photovoltaic properties of multicrystalline silicon solar cells,“ *Journal de Physique III*, **1993**, 3(10), S.1941-1946.
- [79] H.Wagner, M. Müller, G. Fischer, P. Altermatt, „A simple criterion for predicting multicrystalline si solar cell performance from lifetime images of wafers prior to cell production,“ *Journal of Applied Physics*, **2013**, 114(5), S.054501-054501-8.
- [80] W. Kleber und H.J. Bausch, Einführung in die Kristallographie, Berlin: Verlag Technik, **1998**.
- [81] H.Grimmer, W. Bollmann, H.W. Warrington, „Coincidence-site lattices and complete pattern-shift lattices in cubic crystals,“ *Acta Crystallographica*, **1974**, A30, S.197-207.
- [82] A. Zhao, J. Zhao, H.Grimmer, P. Scherrer, „Discussion of the Representation of Intercrystalline Misorientation in Cubic Materials,“ *Acta Crystallographica Section A*, **1989**, A46, S.620-622.
- [83] J. P. Hirth, Theory of dislocations, Malabar: Krieger Publishing Company, **1991**.
- [84] D. Brandon, „The Structure of High-Angle Boundaries,“ *Acta Metallurgica*, **1966**, 14(11), S.1479-1484.

- [85] H.J. Möller, „[011] tilt boundaries in the diamond cubic lattice,“ *Philosophical Magazine A*, **1981**, 43(4), S. 1045-1055.
- [86] M. Kohyama, R. Yamamoto, M. Doyama, „Reconstructed Structures of Symmetrical <011> Tilt Grain Boundaries in Silicon,“ *Physics Status Solidi B*, **1986**, 138(2), S. 387-397.
- [87] M. Kohyama, „Computational studies of grain boundaries in covalent materials,“ *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, **2002**, 10(3), S. R31.
- [88] R. Rehwald, „Einfluss der Kornstruktur von mc-Silizium auf die elektrischen Eigenschaften,“ *Masterarbeit; Technischen Universität Bergakademie Freiberg*, **2015**.
- [89] B. Gallien, T. Duffar, S. Lay, F. Robaut, „Analysis of grain orientation in cold crucible continuous casting of photovoltaic Si,“ *Journal of Crystal Growth*, **2011**, 318, S. 208-211.
- [90] L. K. Fionova, A. V. Andreeva, T. I. Zhukova, „Grain boundary dissociation in aluminium of high purity,“ *Physical Status Solidi A*, **1981**, 67(1), S. K15-K19.
- [91] N. Usami, K. Kutsukake, T. Sugawara, K. Fujiwara, W. Pan, Y. Nose, T. Shishido, K. Nakajima, „Spontaneous modification of grain boundary configuration and its application for realization of bulk multicrystalline Si with electrically inactive grain boundaries,“ *Proceedings of 4th IEEE World Conference on Photovoltaic Energy Conversion, Hawaii*, **2006**, S. 960-963.
- [92] T. Buonassisi, A. A. Istratov, M. D. Pickett, M. A. Marcus, T. F. Ciszek, E. R. Weber, „Metal precipitation at grain boundaries in silicon: dependence on grain boundary character and dislocation decoration,“ *Applied Physics Letters*, **2006**, 89(4), S. 042102.
- [93] J. Chen, T. Sekiguchi, D. Yang, F. Yin, K. Kido und S. Tsurekawa, „Electron-beam-induced current study of grain boundaries in multicrystalline silicon,“ *Journal of Applied Physics*, **2004**, 96(10), S. 5490-5495.

- [94] A. Autruffe, L. Vines, L. Arnberg, M. Di Sabatino, „Impact of growth rate on impurities segregation at grain boundaries in silicon during Bridgman growth,“ *Journal of Crystal Growth*, **2013**, 372, S.180-188.
- [95] A. Stoffers, O. Cojocaru-Miredin, O. Breitenstein, W. Seifert, S.Zaefferer, D. Raabe, „Grain boundary characterization in multicrystalline silicon using joint EBSD, EBIC and atom probe tomography,“ *2014 IEEE 40th Photovoltaic-Specialist Conference*, **2014**, 6925089, S.42-46.
- [96] J. Chen, D. Yang, X. Zhenqiang, T. Sekiguchi, „Recombination activity of S3 boundaries in boron-doped multicrystalline silicon: influence of iron contamination,“ *Journal of Applied Physics*, **2005**, 97(3), S.033701.
- [97] J. Chen, T. Sekiguchi, „Carrier recombination activity and structural properties of small-angle grain boundaries in multicrystalline silicon,“ *Japanese Journal of Applied Physics*, **2007**, 46(10A), S.6489-6497.
- [98] J. Chen, T. Sekiguchi, R. Xie, P. Ahmet, T. Chikyo, D. Yang, S.Ito, F. Yin, „Electron-beam-induced current study of small-angle grain boundaries in multicrystalline silicon,“ *Scripta Materialia*, **2005**, 52(12), S.1211-1215.
- [99] D. Oriwol, M. Hollatz, M. Reinecke, „Control of dislocation cluster formation and development in silicon block casting,“ *Energy Procedia*, **2012**, 27, S.66-69.
- [100] N. Takahashi, N. Usami, K. Kutsukake, G. Stokkan, K. Morishita, K. Nakajima, „Generation mechanism of dislocations during directional solidification of multicrystalline silicon using artificially designed seed,“ *Journal of Crystal Growth*, **2010**, 312(7), S.897-901.
- [101] D. Oriwol, *Die Versetzungsstruktur von multikristallinem Silicium aus der industriellen VGF-Blockkristallisation*, Dissertation; Brandenburgische Technische Universität; Cottbus-Senftenberg, **2014**.
- [102] G. Stokkan, Y. Hu, O. Mjos, M. Juel, „Study of evolution of dislocation clusters in high performance multicrystalline silicon,“ *Solar Energy Materials and Solar Cells*, **2014**, 130, S.679-685.

- [103] S. Würzner, R. Helbig, C. Funke, H.J. Möller, „The relationship between microstructure and dislocation density distribution in multicrystalline silicon,“ *Journal of Applied Physics*, **2010**, 108(8), S.083516-083516-5.
- [104] Intego GmbH, [Online]. Available:  
<http://www.intego.de/sites/default/files/files/GEMINI%20Grain%20Analysis.pdf>.  
 [Zugriff am 3 12 **2014**].
- [105] J. Canny, „A Computational Approach to Edge Detection,“ *IEEE transactions on pattern analysis and machine intelligence*, **1986**, PAMI-8(6), S.679-698.
- [106] T. Lehmann, M. Trempa, E. Meissner, M. Zschorsch, C. Reimann, J. Friedrich, „Laue scanner: A new method for determination of grain orientations and grain boundary types of multicrystalline silicon on a full wafer scale,“ *Acta Materialia* , **2014**, 69, S.1-8.
- [107] W. H. Bragg, W. L. Bragg, „The reflection of x-rays by crystals,“ *The Royal Society: Proceedings A*, **1913**, 88, S. 428-438.
- [108] D. Garcia-Castellanos, U. Lombardo, „Poles of Inaccessibility: A Calculation Algorithm for the Remotest Places on Earth,“ *Scottish Geographical Journal*, **2007**, 123(3), S. 227-233.
- [109] M. Rinio, „Untersuchung der prozessabhängigen Ladungsträgerrekombination an Versetzungen in Siliziumsolarzellen,“ Dissertation, Technische Universität Bergakademie, Freiberg, **2004**.
- [110] S. Würzner, „Untersuchung der Versetzungsentstehung und -verteilung bei der Kristallisation von multikristallinem Silizium,“ Dissertation, Technische Universität Bergakademie, Freiberg, **2012**.
- [111] F. Secco, „Dislocation Etch for (100) Planes in Silicon,“ *Journal of The Electrochemical Society*, **1972**, 119(7), S. 948-951.



- [112] W. S. Rasband, „ImageJ,“ U. S. National Institutes of Health, Bethesda, Maryland, USA, [Online]. Available: [http:// imagej.nih.gov/ ij/](http://imagej.nih.gov/ij/) . [Zugriff am 12.12.2014].
- [113] T. Trupke, R. A. Bardos, M. C. Schubert, W. Warta, „Photoluminescence imaging of silicon wafers,“ *Applied Physics Letters*, **2006**, 89, S. 044107.
- [114] T. Trupke, R. A. Bardos, M. D. Abbott, F. W. Chen, J. E. Cotter und A. Lorenz, „Fast Photoluminescence Imaging of Silicon Wafers,“ *Conference Record of the 2006 IEEE 4th World Conference on Photovoltaic Energy Conversion*, **2006**, S. 928-931.
- [115] T. Trupke, J. Nyhus, J. Haunschild, „Luminescence imaging for inline characterisation in silicon photovoltaics,“ *Physica Status Solidi RRL*, **2011**, 5(4), S. 131-137.
- [116] M. D. Abramoff, P. J. Magalhaes, S. J. Ram, „Image Processing with ImageJ,“ *Biophotonics International*, **2004**, 11(7), S. 36-42.
- [117] W. Rasband, „Shading Corrector,“ U. S. National Institutes of Health, Bethesda, Maryland, USA, [Online]. Available: [http:// imagej.nih.gov/ ij/ plugins/ shading-corrector.html](http://imagej.nih.gov/ij/plugins/shading-corrector.html). [Zugriff am 15.12.2014].
- [118] C. Reimann, M. Trempa, T. Lehmann, K. Rosshirt, J. Stenzenberger, J. Friedrich, K. Hesse und E. Domberger, „Influence of different seed materials on multi crystalline silicon ingot properties,“ to be published.
- [119] A. Stekolnikov, F. Bechstedt, „Shape of free and constrained group-IV crystallites: Influence of surface energies,“ *Physical Review B*, **2005**, 72, S. 125326.
- [120] R. Schwab, „Einfluss der Phasengrenzform auf die Kornstruktur bei der gerichteten Erstarrung von mc-Silizium,“ Bachelorarbeit, Technische Universität Bergakademie, Freiberg, **2014**.
- [121] J. J. Wortman, R. A. Evans, „Young’s modulus, shear modulus, and poisson’s ratio in silicon and germanium,“ *Journal of Applied Physics*, **1965**, 36(1), S. 153-156.

- [122] R. Zierer, „Wechselwirkung von interstitiellem Eisen mit Defekten im multikristallinen Silizium,“ Dissertation, Technische Universität Bergakademie Freiberg, **2014**.
  
- [123] M. Azizi, „Eisenverunreinigungen in multikristallinem Silizium: Gerichtete Erstarrung und Analyse der strukturellen und elektrischen Eigenschaften,“ Dissertation, Friedrich-Alexander-Universität, Erlangen-Nürnberg, **2013**.
  
- [124] D. L. Beke, "Landolt-Börnstein Numerical Data and Functional Relationships in Science and Technology New Series. Bd. Group III: Condensed Matter Volume 33: Diffusion in Semiconductors and Non-Metallic Solids: Subvolume A Diffusion in Semiconductors", Springer, **1998**

# Veröffentlichungen

1. T. Lehmann, M. Trempa, E. Meissner, M. Zschorsch, C. Reimann, J. Friedrich, „Laue scanner: A new method for determination of grain orientations and grain boundary types of multicrystalline silicon on a full wafer scale“, *Acta Materialia* **2014**, 69, S. 1-8.
2. T. Lehmann, C. Reimann, E. Meissner, J. Friedrich, „Statistical grain structure analysis of industrial grown conventional and high performance mc-Si and their influence on the area fraction of electrical active defects and solar cell efficiency“, *Acta Materialia* **2016**, 106, S.98-105.
3. C. Reimann, M. Trempa, T. Lehmann, K. Rosshirt, J. Stenzenberger, J. Friedrich, K. Hesse, E. Dornberger, „Influence of different seed materials on multi crystalline silicon ingot properties“, *Journal of Crystal Growth* **2015**, submitted (*Journal of Crystal Growth*)
4. L. Stockmeier, G. Müller, A. Seidl, T. Lehmann, C. Reimann, J. Friedrich, „Preferred grain orientations in silicon ribbons grown by the string ribbon and the edge-defined film-fed growth methods“, *Journal of Crystal Growth* **2014**, 395, S. 74-79
5. R. Buchwald, K. Fröhlich, S. Würzner, T. Lehmann, K. Sunder, H.J. Möller, „Analysis of Sub-surface Damage of mc- and cz-Si Wafers Sawn with Diamond-plated Wire“, *ENERGY PROCEDIA* **2013**, 38, S.901-909
6. K. E. Ekstrøm, G. Stokkan, R. Søndena, H. Dalaker, T. Lehmann, L. Arnberg, M. Di Sabatino, „Structure and dislocation development in mono-like silicon“, *Physica Status Solidi A* **2015**, , S.
7. D. M. Cupid, T. Lehmann, T. Bergfeldt, H. Berndt, H.J. Seifert, „Investigation of the lithium-rich boundary of the  $\text{Li}_{1+x}\text{Mn}_{2-x}\text{O}_4$  cubic spinel phase in air“, *Journal of Material Science* **2013**, 48, S.3395-3403

# Betreute studentische Arbeiten

1. Gert Bartzsch, „Entwicklung und Optimierung einer automatischen Detektion von Versetzungen in mc-Si mit Hilfe der Lichtmikroskopie“, experimentelle Studienarbeit, **2012**
2. Georg Greifzu, „Erprobung und Weiterentwicklung eines Lateral Photovoltage Scanning Messplatzes“, experimentelle Studienarbeit, **2012**
3. Felix Jung, „Korrelation von Photolumineszenz-Mesungen an Halbleiterwerkstoffen mit optischen und elektrischen Charakterisierungsmethoden“, Bachelorarbeit, **2013**
4. Michael Ehrl, „Correlation between electrical active defects in mc-Si and the grain structure“, Praktikumsbericht, **2014**
5. Rebekka Rehwald, „Einfluss der Kornstruktur von mc-Silizium auf die elektrischen Eigenschaften“, Masterarbeit, **2015**

# Danksagung

Zuletzt möchte ich mich bei alldenjenigen bedanken, die zum Fortgang und Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben. Mein besonderer Dank gilt:

- Prof. Dr. Hans Joachim Möller für die hochschultechnische Betreuung meiner Arbeit und die hilfreichen Diskussionen,
- Prof. Dr. Johannes Heitmann für die Übernahme des Zweitgutachtens und der schnellen Erstellung desselben,
- Dr. Jochen Friedrich für die Möglichkeit, meine Dissertation in der Abteilung Materialien am Fraunhofer IISB/THM schreiben zu können, die immer offene Tür sowie die zahlreichen wissenschaftlichen Diskussionen, die maßgeblich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben,
- Dr. Christian Reimann für sein Engagement bei der Beschaffung der Proben, die diese Arbeit erst ermöglicht haben, den unzähligen fachlichen Diskussionen sowie die wissenschaftliche Betreuung in allen Aufgabengebieten,
- Dr. Elke Meißner für die stets aufmunternden Unterhaltungen und Diskussionen, für die die Terminfindung stets sehr herausfordernd war aber maßgeblich zum Gelingen der Arbeit beigetragen haben,
- Dr. Kai Petter für die Bereitstellung der Proben, die Solarzellenprozessierung der Wafer, die Messung des Solarzellenwirkungsgrades durch Hanwah QCELLS und die Diskussion der Ergebnisse,
- Meiner OE Silizium und Jan Seebeck für die vielen hilfreichen Diskussionen während der Siliziumklausuren, die einen großen Beitrag zu dieser Arbeit geleistet haben und die stetige Unterstützung bei allen anderen Aufgaben,
- Allen studentischen Hilfskräften, die mich bei der Probenpräparation und Datenauswertung unterstützt haben,
- Meine aktuellen und ehemaligen Zimmerkollegen/innen Iven Kupka, Nancy Gerth, Ludwig Stockmeier und Christopher Schröter für unzählige wissenschaftliche und nicht wissenschaftliche Diskussionen, dass unschlagbare Arbeitsklima sowie die sich zwischen uns entwickelte Freundschaft,

- Kerstin Keller für die hervorragende Organisation zahlreicher Dienstreisen, die unzähligen netten Gespräche sowie für vielen Leckereien zwischendurch,
- Markus Zschorsch für die stetige Unterstützung in allen Bereichen und den stets sehr interessanten Austausch über private Technik-Highlights,
- Julien Fuder für die vielen kleinen Unterstützungen, die am Ende unglaublich geholfen haben,
- Mirko Gerlach für die technische Unterstützung bei allen Anlagenproblemen,
- Manuela Breite für die vielen unterhaltsamen Anekdoten und das Korrekturlesen der Arbeit,
- Allen Mitarbeitern des Fraunhofer THM für das immer angenehme Arbeitsklima und die unvergesslichen Mittagspausen, die sicher nicht durch das Essen unvergesslich geworden sind und mich stets aufgemuntert haben,
- Allen Mitarbeitern des Fraunhofer IISB die mich immer unterstützt und willkommen geheißen haben,
- Ein besonderer Dank gilt meiner Familie,
- Meinen Eltern und meiner Schwester, die mich zu dem Menschen gemacht haben der ich bin und die mich privat wie auch beruflich immer voll und ganz unterstützt haben,
- Meiner Freundin Stefanie, die mir den nötigen Rückhalt gibt, mich in allen beruflichen wie auch privaten Angelegenheiten selbstlos unterstützt und somit einen positiven Einfluss auf diese Arbeit genommen hat.